Manuel d'instructions
Lyophilisateur

ALPHA 1-2 LDplus

Référence 101521

Fisher Scientific Bioblock
Part of Thermo Fisher Scientific
Parc d'innovation - BP 50111 - F67403 illkirch cedex

France
tél 03 88 67 14 14
fax 03 88 67 11 68
bioblock.vente@thermofisher.com
www.bioblock.com

Belgique / België
tél 056 260 260
fax 056 260 270
bioblock.belgium@thermofisher.com
www.bioblock.be

España
tfno 91 515 92 34
fax 91 515 92 35
bioblock.ventas@thermofisher.com
www.es.fishersci.com

Lyophilisateur
Concentrateur sous vide

Version 11.2006 - Français

Manuel d’instructions

ALPHA 1-2 LD_{plus}

Numéro de commande :

Numéro de série :

Pour tout renseignement, veuillez mentionner les numéros ci-dessus.

Adresse du service après-vente :

Préface

Cher client,

Félicitations pour avoir choisi un lyophilisateur CHRIST.

Le lyophilisateur **ALPHA 1-2 LD$_{plus}$**

est équipé de nombreuses options conviviales qui vous en faciliteront l'utilisation.

Le lyophilisateur **ALPHA 1-2 LD$_{plus}$** nouvellement conçu est un lyophilisateur à usage universel de CHRIST pour les laboratoires, les départements R&D et les instituts scientifiques. La gamme d'accessoires éprouvés permet de configurer l'appareil en fonction de l'application désirée. Grâce à cette gamme d'accessoires pratiques et universels, le lyophilisateur peut être utilisé pour pratiquement toutes les applications de lyophilisation dans des flacons à fond rond, des coupelles, des ampoules, des flacons d'injection, etc.

Un avantage particulier est la commande facile et intuitive de l'appareil avec le nouveau système de contrôle LD$_{plus}$ (Lyo–Display-plus):

- Ecran de visualisation à cristaux liquides avec affichage des données de processus les plus importantes (température du condenseur, durée de processus, durée de phase et vide)
- Commande confortable et intuitive par menus en allemand, anglais et français
- Conversion de la température du produit et du vide selon la courbe de pression de vapeur pour la glace
- Interface de communication RS-232 (ordinateur), disponible comme option
- Possibilité de l'installation ultérieure d'un système de régulation de vide comprenant une vanne régulatrice de pression et un capteur de vide (tous les deux disponibles comme composants accessoires)

Nous pouvons ainsi vous offrir un lyophilisateur avec une très haute fonctionnalité et une grande variété d'applications pratiques.

Nous vous remercions de votre confiance et vous souhaitons tout le succès possible dans vos applications de lyophilisation.

Internet: _____, email: _____T

Sommaire

1. Informations générales 1

1.1. Introduction 1
1.2. Applications....2
1.3. Caractéristiques techniques du lyophilisateur ALPHA 1-2 LDplus....3
1.4. Normes et réglementations....6
1.5. Règles de sécurité 6
1.5.1. ATTENTION ! Déconnecter le cordon d'alimentation ! 6
1.5.2. ATTENTION ! Solvants ! 6
1.5.3. CONSEIL ! Nettoyage et entretien de l'appareil !....6
1.5.4. ATTENTION ! Gelures aux membres !....7
1.5.5. IMPORTANT ! Instructions pour le transport !....7
1.6. Programmes de lyophilisation interdits....8

2. Généralités sur la lyophilisation 9

2.1. Généralités sur la lyophilisation 9
2.2. Préparation....12
2.3. Congélation....12
2.4. Dessiccation primaire....13
2.5. Dessiccation secondaire....17
2.6. Fin de la lyophilisation et mise à l'atmosphère 18
2.7. Dégivrage....18

3. Description des processus de lyophilisation 19

3.1. Congélation à part et lyophilisation à l'extérieur du piège (processus B) sur des plateaux....19
3.2. Congélation séparée et lyophilisation à l'extérieur du piège (type B) avec système de bouchage....20
3.3. Congélation séparée et lyophilisation de liquides dans des flacons (type B)....21
3.4. Congélation séparée et lyophilisation de liquides dans des ampoules (type B)....22

4. Installation et mise en service 25

4.1. Emplacement 25
4.2. Raccordement au secteur....25
4.3. Fusibles....26
4.4. Vérification de la connexion à la terre....26
4.5. Aération....26
4.6. Condensat et eau de dégivrage....26
4.7. Echappement de la pompe à vide 26
4.8. Mise en service initiale....27
4.8.1. Eléments de contrôle et composants fonctionnels....28
4.8.2. Raccordement du capteur de vide, de la pompe à vide et de la vanne régulatrice de pression....29
4.8.3. Schéma de principe des composants accessoires 32
4.8.4. Note concernant l'utilisation des robinets en caoutchouc 34
4.8.5. Mise en marche 35

5. Système de contrôle LD_{plus} 37

5.1. Introduction 37
5.2. Le panneau de commande LD_{plus} 37
5.3. Brève description de la commande 38
5.4. Composants visuels du système de contrôle LDplus 39
5.4.1. Fenêtre principale 39
5.4.2. Barre d'état 39
5.4.3. Fonction de la touche logicielle 40
5.5. Fenêtre de valeurs 41
5.6. Mode 41
5.6.1. Commencer le processus de dessiccation 42
5.6.2. Changer la phase 42
5.6.3. Temporisateur 42
5.7. Menu principal 43
5.7.1. Modifier les valeurs de consigne 43
5.7.2. Fonctions spéciales 44
5.7.3. Système d'information du processus et de l'appareil 44
5.7.4. Options 45
5.7.5. Tutorial 46
5.8. Système d'information du processus et de l'appareil 47
5.8.1. Etat de l'information 47
5.9. Fonctions spéciales LDplus 48
5.9.1. Dégivrage du condenseur (option) 48
5.9.2. Elévateur électrique (option) 48

6. Instructions pour corriger les erreurs 49

6.1. Coupure de courant 49
6.2. Vide insuffisant 49
6.3. L'appareil ne fonctionne pas 51
6.4. Température du condenseur insuffisante 51
6.5. Système d'information du processus et de l'appareil 52
6.5.1. Messages d'erreur 52

7. Maintenance et nettoyage 55

7.1. Piège du condenseur 55
7.2. Echangeur de chaleur 55
7.3. Ajustage et maintenance du capteur de vide VSP62 55
7.3.1. Maintenance du capteur de vide: 55
7.3.2. Remplacement et ajustage 56
7.4. Robinets en caoutchouc 58
7.5. Pompe à vide 58
7.6. Filtre d'échappement 58
7.7. Nettoyage 58
7.7.1. Nettoyage du lyophilisateur 58
7.7.2. Nettoyage des accessoires 59
7.7.3. Entretien du purgeur d'air et de la vanne de vidange 59
7.7.4. Désinfection de la chambre de dessiccation, du couvercle et des accessoires 60
7.7.5. Vérifications par l'utilisateur 60

8. Options 61

8.1. Système de contrôle de processus LPC-32, logiciel 61
8.2. Système de contrôle de processus LPC-32, logiciel avec matériel d'ordinateur 61
8.3. LyoLog LL-1 (logiciel de documentation) 61
8.4. Outil de simulation LDplus (logiciel d'entraînement) 61
8.5. Elévateur électrique 61

9. Annexe **63**

10. Fonctions spéciales **79**

1. Informations générales

1.1. Introduction

Qu'est-ce que la lyophilisation?

Lyophilisation signifie : extraction de l'eau d'un produit congelé. Le séchage est réalisé en évitant de passer par l'état liquide, par sublimation, c'est-à-dire par passage direct de l'état de glace à l'état de vapeur d'eau. Ceci est réalisé sous vide avec une température du produit normalement inférieure à -10°C.

Le but de la lyophilisation est d'obtenir un produit facilement soluble dans l'eau et qui, après addition d'eau, présente les mêmes caractéristiques que le produit d'origine.

Le fait que le séchage soit effectué à l'état congelé sous des températures très basses rend possible le séchage, par exemple, de l'albumine sans la dénaturer. De même, la plupart des autres composants chimiques ne subiront aucune modification qualitative ou quantitative.

Avec la lyophilisation, le matériel d'origine principalement biologique - comme les tissus, les extraits tissulaires, les bactéries, les vaccins et le sérum - est transformé en produit sec. Les changements enzymatiques, bactériens et chimiques sont considérablement réduits par ce procédé.

La lyophilisation est également le procédé qui ménage le plus la conservation des propriétés biologiques des tissus et composants tissulaires fragiles.

De plus, la lyophilisation convient particulièrement au séchage des matériaux inorganiques si la surface des particules ne doit pas être changée, par exemple lors du séchage des dispersions nanométriques.

1.2. Applications

Le lyophilisateur **ALPHA 1-2 LD$_{plus}$** est un appareil de laboratoire et de pré-production universel de haute performance permettant de lyophiliser des produits solides ou liquides dans des ampoules, des bouteilles, des ballons en verre, des bouteilles de plasma ou des coupelles. Selon les configurations, les différentes étapes du processus de lyophilisation sont réalisables dans l'appareil :

- Congélation des produits (sans réglage de la température des plateaux)
- Lyophilisation (sublimation) des produits à des températures et des pressions limites définies par l'utilisateur
- Dessiccation secondaire des produits à un vide final élevé pour l'élimination de l'eau fixée moléculairement et par capillarité.

Le lyophilisateur **ALPHA 1-2 LD$_{plus}$** convient à la lyophilisation de, par exemple, cultures de bactéries et de virus, plasma sanguin, fractions de sérum, anticorps, sérum, vaccins et produits pharmaceutiques comme le chloramphénicol, la streptomycine, les vitamines, les ferments ainsi que les extraits de plantes pour les examens biochimiques.

1.3. Caractéristiques techniques du lyophilisateur ALPHA 1-2 LDplus

	ALPHA 1-2 LD_{plus}
Données	
Capacité du condenseur	max. 2,5kg
Performance du condenseur :[1)]	max. 2kg/24h
Température du condenseur ::[1)]	environ –55°C
Surface de plateaux max. pour le séchage à l'extérieur du piège (processus B) :	3 plateaux, Ø200 surface totale 0,092m^2 écart: jusqu'à 80mm avec pièce accessoires no. 120893
Surface de plateaux max. pour le séchage dans des flacons de pénicilline (fioles de verre) avec bouchage sous vide ou sous atmosphère d'azote à l'extérieur du piège (processus B):	2 plateaux, Ø200 surface totale 0,054m^2 écart: 25-70mm avec pièce accessoire no. 121015
Séchage dans des flacons à fond rond ; tenir compte de la capacité max. du condenseur de 2kg (processus B) :	8 pièces avec pièce accessoires no. 121450
Autres caractéristiques (sans pompe à vide) :	
Dimensions de l'appareil	largeur : 315mm hauteur : 345mm profondeur : 460mm (connexion de la bride de vide incluse)
Poids :	environ 28kg
Emissions sonores selon	49 dB(A)

	ALPHA 1-2 LD$_{plus}$
DIN 45635:	
Comptabilité électro-magnétique selon EN 55011	classe B
Quantités de remplissage :	
Réfrigérant :	voir étiquette à l'arrière de l'appareil
Alimentation électrique avec pompe à vide 0,4 KVA :	
Connexion électrique :	230V / 50Hz (autres sur demande)
Consommation de puissance max. :	1,2kVA
Courant max. :	5A
Protection par fusibles :	6,3A
Température ambiante :	catégorie de climat : SN +10°C à +25°C (températures supérieures sur demande)
Connexions de l'appareil :	
Connexion au vide :	petit embout à bride DN 25 KF (ISO 28403, DIN 2861)
Vanne de vidange et purgeur d'air :	embout pour tuyau DN 10 (diamètre extérieur de 12 mm)

[1)] Les valeurs données (particulièrement les températures, la puissance et la capacité) se réfèrent à la température ambiante nominale de +20°

Sont inclus dans la livraison :

- 1 tube de graisse à vide
- 1 litre d'huile pour la pompe à vide (seulement si une pompe est livrée)
- 0,5 m de tuyau de vidange (silicone 9 x 12 mm)
- 1 manuel d'instructions et documentation technique détaillée

Sont exclus de la livraison :

- La mise en service (à l'intérieur de la République Fédérale d'Allemagne) peut être effectuée à la demande et aux frais du client.
- La pose du tuyau d'échappement pour la pompe à vide (pas nécessaire avec un filtre d'échappement)

1.4. Normes et réglementations

Se reporter à la déclaration de conformité EU jointe.

1.5. Règles de sécurité

1.5.1. ATTENTION ! Déconnecter le cordon d'alimentation !

Certaines pièces sous tension étant accessibles dans l'appareil, débrancher le cordon d'alimentation avant d'ouvrir les panneaux latéraux ou avant de démonter le panneau de commande.

Pour sa maintenance, l'appareil doit être mis hors tension avec le commutateur d'alimentation.

1.5.2. ATTENTION ! Solvants !

Les produits acides ou contenant une forte concentration en solvant ne peuvent pas être lyophilisés sans mesures de protection et dispositifs spéciaux comme par exemple un piège de refroidissement pour protéger la pompe à vide (si nécessaire vérifier auprès du fabricant). L'appareil peut également être endommagé par la corrosion.

L'utilisation d'azides demande des mesures de sécurité particulières car un dangereux agent explosif se forme en présence de cuivre ou de métaux non ferreux! Il est indispensable de consulter notre entreprise !

1.5.3. CONSEIL ! Nettoyage et entretien de l'appareil !

Pour les substances infectieuses, toxiques, pathogènes et radioactives, suivre et respecter les règles de sécurité correspondantes.

1.5.4. ATTENTION ! Gelures aux membres !

Pendant le fonctionnement du lyophilisateur, des situations dangereuses peuvent survenir au niveau du piège. Pendant l'installation des plateaux, faire attention à éviter tout contact des membres avec le condenseur car ils pourraient geler en surface. Les membres ne peuvent être alors décollés qu'en apportant de la chaleur. Ne pas utiliser de liquide.

1.5.5. IMPORTANT ! Instructions pour le transport !

Conserver l'emballage pour un transport ultérieur.

Le lyophilisateur doit être porté par deux personnes en le tenant par le dessous des deux côtés.

AVERTISSEMENT : Pendant le transport ou la dépose de l'appareil, ne pas tenir le panneau de commande en plastique. Remarque : faire attention à ne pas s'écraser les doigts en posant l'appareil sur une surface.

MAUVAIS

CORRECT

1.6. Programmes de lyophilisation interdits

1. Utilisation d'un lyophilisateur incorrectement installé.
2. Utilisation sans panneaux latéraux.
3. Utilisation par une personne non habilitée.
4. Utilisation avec des plateaux incorrectement installés.
5. Utilisation avec des substances hautement corrosives. Ne pas lyophiliser ces substances ou uniquement en prenant des mesures de sécurité spéciales. Ces substances ne doivent pas endommager les matériaux et affecter la résistance mécanique du piège, de la chambre de dessiccation, du couvercle et des accessoires.
6. Utilisation avec des accessoires non autorisés par le fabricant, sauf pour des récipients de lyophilisation commerciale en verre ou plastique. L'utilisation de produits de mauvaise qualité est déconseillée. Le bris de verre ou l'éclatement de récipients peut créer des situations dangereuses pendant la lyophilisation.
7. Utilisation dans des zones présentant un risque d'explosion.
8. Ne pas cogner ou déplacer le lyophilisateur pendant le fonctionnement. Ne pas se pencher ou s'appuyer sur le lyophilisateur.
9. Ne pas placer de matériaux potentiellement dangereux, par exemple des récipients en verre contenant des liquides, à proximité du lyophilisateur.
10. Ne pas sécher de produits pouvant réagir en présence d'énergie élevée pendant le programme de lyophilisation.
11. Ne pas lyophiliser de substances explosives ou hautement inflammables.
12. Les substances infectieuses, toxiques, pathogènes et radioactives doivent être lyophilisées uniquement dans des récipients appropriés

2. Généralités sur la lyophilisation

2.1. Généralités sur la lyophilisation

La lyophilisation constitue la procédure la plus douce pour déshydrater les produits biologiques et chimiques. Elle est basée sur le phénomène physique de la sublimation, c'est à dire le passage direct de l'état solide à l'état gazeux. Le produit congelé est placé dans la chambre de dessiccation à vide. Le condenseur peut être décrit comme une pompe à vapeur car l'humidité qui s'évapore sous vide pendant la phase de lyophilisation gèle sur le condenseur. La pompe à vide est par conséquent prévue pour retirer uniquement l'air de la chambre de dessiccation (= pompe à gaz) et non les vapeurs. Afin de démarrer le processus de sublimation, il faut apporter de la chaleur au produit. Ceci se fait pendant la lyophilisation dans des ballons ou dans des flacons à col large, etc. par l'intermédiaire de l'environnement plus chaud (contact thermique direct), sur les plateaux non chauffés par le rayonnement thermique provenant de l'environnement et directement par les plateaux s'ils sont chauffés. Lorsque "l'eau libre" a été retirée du produit, il est également possible de retirer l'eau liée par adsorption à l'aide d'un vide très poussé. Cette partie du processus de la lyophilisation est appelée dessiccation secondaire (désorption).

Les composants de base du lyophilisateur sont:

- Chambre de dessiccation à vide avec dispositif de chauffage
  a) plateaux chauffants ou[1] non pour lyophilisation en coupelles
  b) plateaux avec système de bouchage pour lyophilisation en flacon à sérum
  c) robinets en caoutchouc pour raccorder des ballons, flacons à col large, etc.
  d) manifold pour raccorder des flacons à fond rond, flacons à col large, etc.

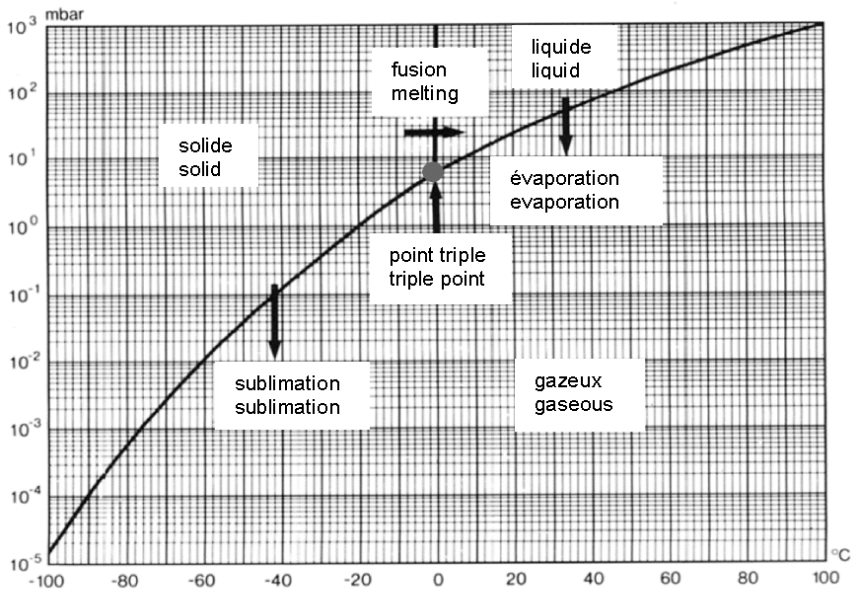
[1] Les plateaux chauffants réglés ne sont disponibles qu'en combinaison avec un système de contrôle LSC.

- Pompes à air et vapeur d'eau
  a) pompe à vide pour évacuer la chambre de dessiccation **(= pompe à gaz)**
  b) condenseur avec températures de -50°C à -105°C (suivant le type d'appareil) pour condenser la vapeur d'eau **(= pompe à vapeur)**

Sublimation

Le principe de la sublimation est brièvement expliqué à l'aide du diagramme d'équilibre de l'eau (lyophilisation de solutions principalement aqueuses, voir courbe de pression de vapeur). Si la pression atmosphérique est supérieure à 6,11 mbar, l'eau passe par les trois phases (solide, liquide, gaz) lorsque la température baisse ou augmente. A 6,11 mbar, la courbe de pression de fusion, la courbe de pression de vapeur et la courbe de pression de sublimation se rencontrent en un point, le point triple. A ce point, les trois phases sont présentes simultanément. En dessous de ce point, c'est à dire lorsque la pression est inférieure à 6,11 mbar, la glace passe directement de la phase solide à la phase gazeuse en atteignant la courbe de pression de sublimation (courbe de pression de vapeur sur glace).

Courbe de pression de vapeur pour la glace et l'eau



1mbar = 10^2Pa

Tableau de conversion "Pression de vapeur sur glace" (courbe de pression de sublimation)

Unités de pression: 1mbar = 100Pa
1Pa = 0,01mbar

Unités de température:

$$T = t + 273$$
$$t = T - 273$$
$$t_F = 1{,}8 \cdot t + 32$$
$$t = \frac{t_F - 32}{1{,}8}$$

T = température thermodynamique K (Kelvin)
t = température Celsius °C
t_F = température Fahrenheit °F

°C	≙mbar	°C	≙mbar	°C	≙mbar	°C	≙mbar
0	6,110	-20	1,030	-40	0,120	-60	0,011
-1	5,620	-21	0,940	-41	0,110	-61	0,009
-2	5,170	-22	0,850	-42	0,100	-62	0,008
-3	4,760	-23	0,770	-43	0,090	-63	0,007
-4	4,370	-24	0,700	-44	0,080	-64	0,006
-5	4,020	-25	0,630	-45	0,070	-65	0,0054
-6	3,690	-26	0,570	-46	0,060	-66	0,0047
-7	3,380	-27	0,520	-47	0,055	-67	0,0041
-8	3,010	-28	0,470	-48	0,050	-68	0,0035
-9	2,840	-29	0,420	-49	0,045	-69	0,0030
-10	2,560	-30	0,370	-50	0,040	-70	0,0026
-11	2,380	-31	0,340	-51	0,035	-71	0,0023
-11	2,170	-32	0,310	-52	0,030	-72	0,0019
-13	1,980	-33	0,280	-53	0,025	-73	0,0017
-14	1,810	-34	0,250	-54	0,024	-74	0,0014
-15	1,650	-35	0,220	-55	0,021	-75	0,0012
-16	1,510	-36	0,200	-56	0,018	-76	0,0010
-17	1,370	-37	0,180	-57	0,016	-77	
-18	1,250	-38	0,160	-58	0,014	-78	
-19	1,140	-39	0,140	-59	0,012	-79	

Etapes du processus de lyophilisation

Pré-congélation	Dessiccation
sous pression atmosphérique (par exemple à –25°C)	sous vide (par exemple à 0,01 mbar)
= formation de structure de glace	= conserve l' eau dans la phase solide

Nécessité d'ajouter :
Apport d'énergie (= chaleur)

mais : la matière reste en phase solide/glace !

(loi physique : le vide est responsable de la température du produit)

2.2. Préparation

Si l'appareil est équipé d'une vanne régulatrice de pression, il est conseillé de pré-chauffer la pompe à vide. La durée de vie de la pompe à vide peut être considérablement prolongée si elle n'est chargée des gaz condensables que lorsqu'elle a atteint la température d'opération.

La pompe à vide peut déjà être utilisée pendant la congélation si la vanne régulatrice de pression est fermée. La pompe à vide doit être pré-chauffée pendant 15 minutes au minimum, il faut donc la mettre en service 15 minutes avant le début de la dessiccation primaire.

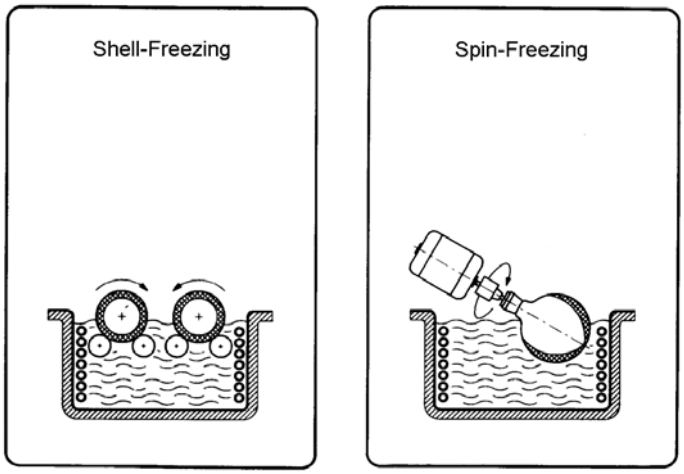
Il se peut que la pression du piège ou de la chambre de dessiccation augmente lors de la dessiccation primaire (par exemple de 0,63mbar à 0,47mbar) bien que la vanne de la pompe à vide soit fermée. Cet effet se ramène physiquement à l'effet de pompage du condenseur (« cryo-pumping-effect »).

2.3. Congélation

La congélation de petites quantités de produit est effectuée dans le piège du **ALPHA 1-2 LDplus**. Les quantités plus importantes sont pré-congelées dans un congélateur.

Pour lyophiliser des liquides dans des bouteilles avec une épaisseur de couche supérieure à 1 cm, nous conseillons d'effectuer une pré-congélation dans un appareil de congélation par rotation ou centrifugation dans un bain réfrigérant (voir figures précédentes). Du fait de la force centrifuge, le liquide à congeler remonte le long des parois de la bouteille et gèle. Avec cette procédure de congélation, l'épaisseur de la couche est réduite et

la durée de lyophilisation totale s'en trouve par conséquent considérablement écourtée.



La congélation dans l'appareil n'est pas nécessaire si le produit est pré-congelé ou conservé dans un congélateur par exemple. Dans ce cas, surtout pour la lyophilisation de petites quantités, il est conseillé de pré-réfrigérer les plateaux afin d'éviter une décongélation partielle pendant la mise sous vide.

Les éventuels résidus d'eau doivent être retirés du piège. Fermer la vanne de vidange.

Graisser le bouchon rodé de la chambre de dessiccation avec de la graisse à vide !

L'épaisseur de la couche de produit ne doit pas dépasser 1 à 2 cm pour ne pas affecter la durée du processus de lyophilisation.

2.4. Dessiccation primaire

Mettre en marche la pompe à vide.

Commentaire:

Il est possible que des produits contenant par exemple des solvants ou présentant des concentrations salines élevées

dégèlent pendant la lyophilisation (le produit mousse). Dans ce cas, il faut congeler les produits à des températures les plus basses possibles, par exemple dans l'azote liquide.

Attention:

Ne pas lyophiliser de produits acides ou présentant une forte concentration en solvant sans mesures de protection ou dispositifs spéciaux, comme par exemple un piège refroidit à l'azote liquide pour protéger la pompe à vide (en cas de doute, contacter le fabricant). Il est aussi possible d'utiliser une pompe à vide hybride présentant une meilleure résistance chimique (par ex. RC-5).

L'utilisation d'acides demande des précautions particulières car un agent explosif dangereux se forme en présence de cuivre ou de métaux non ferreux ! Il est absolument indispensable de consulter le fabricant !

Dès que la sublimation de la vapeur d'eau du produit congelé commence, la chaleur est extraite et par conséquent le produit continue à refroidir.

La vitesse de sublimation maximale est atteinte au début de la lyophilisation.

Suivant la vitesse de sublimation, la température du condenseur et donc la pression de la chambre de dessiccation ou du piège augmente.

La durée de la phase de dessiccation primaire dépend principalement de :

- l'épaisseur de la couche de produit,
- la quantité de matière solide présente dans le produit,
- la chaleur fournie au produit pendant la lyophilisation,
- la pression à l'intérieur de la chambre de dessiccation pendant la lyophilisation.

La vitesse de sublimation augmente avec une augmentation de la pression (pas du vide !), ce qui écourte la durée de la lyophilisation.

La vapeur d'eau générée pendant la dessiccation primaire n'est pas aspirée par la pompe à vide, elle est collectée dans le piège.

La fonction de la pompe à vide est d'abaisser la pression partielle des gaz non condensables pour que la vapeur d'eau puisse être déplacée du produit vers le piège.

De petites quantités de vapeur d'eau peuvent cependant être aspirées par la pompe à vide. C'est pour cela que la pompe à vide est équipée d'un lest d'air.

Si le lest d'air est ouvert, les vapeurs condensables extraites sont refoulées par le tuyau d'échappement avec l'air.

Le lest d'air doit pour cette raison rester ouvert pendant la dessiccation primaire !

Le lest d'air doit être fermé uniquement pour la dessiccation secondaire parce qu'il n'y a guère de vapeur d'eau produite pendant ce processus.

Pendant la dessiccation primaire, l'humidité est extraite par sublimation, alors qu'elle est enlevée par désorption pendant la dessiccation secondaire.

Cette petite quantité de vapeur d'eau émise pendant la dessiccation secondaire peut être éliminée par la pompe à vide même si le lest d'air est fermé (pendant plusieurs heures).

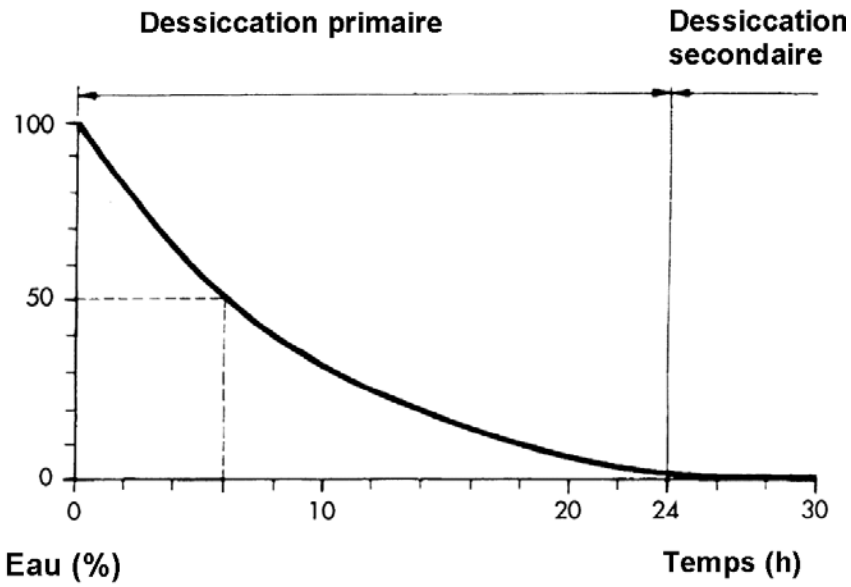
En général, il n'est pas nécessaire de fermer le lest d'air pendant le fonctionnement. La pompe à vide recommandée atteint avec le lest ouvert une pression finale correspondant à la pression partielle de vapeur d'eau pouvant être atteinte.

L'humidité résiduelle dans le produit sec dépend essentiellement :

- de la température du produit séché pendant la dessiccation secondaire,
- du vide final atteint pendant la dessiccation secondaire.

La fin de la phase de dessiccation primaire est atteinte lorsque la température du produit est presque la même que la température des plateaux (différence de température entre le plateau et le produit de 3K à 5K environ). Pour retirer l'eau liée par adsorption du produit, démarrer la phase de dessiccation secondaire.

La figure suivante illustre le processus de lyophilisation d'un produit contenant environ 10% de matière solide. Pendant le premier quart de la phase de dessiccation primaire, 50 % du contenu en eau est extrait. Pendant le deuxième quart de la phase de dessiccation primaire, 50 % du contenu en eau résiduel est extrait. Ceci continue jusqu'à ce que la courbe approche asymptotiquement de l'axe du temps. Cette courbe de dessiccation type est due au fait que la surface de sublimation diminue dans le produit et que la vapeur d'eau qui reste à extraire doit traverser les couches déjà asséchées. La résistance interne augmente pendant le processus de lyophilisation. La courbe de dessiccation est par conséquent essentiellement déterminée par la chaleur latente de sublimation et la vitesse de transport de la vapeur d'eau. Afin d'augmenter les propriétés de conduction thermique spécifique du produit à lyophiliser et de conserver le volume de vapeur d'eau aussi bas que possible, il est nécessaire que la lyophilisation se déroule aussi proche que possible du point de congélation (point eutectique).



La durée de lyophilisation dépend en grande partie de la pression de lyophilisation. Plus la pression est proche du point eutectique conformément à la courbe de pression de vapeur sur glace, plus la durée de lyophilisation est courte.

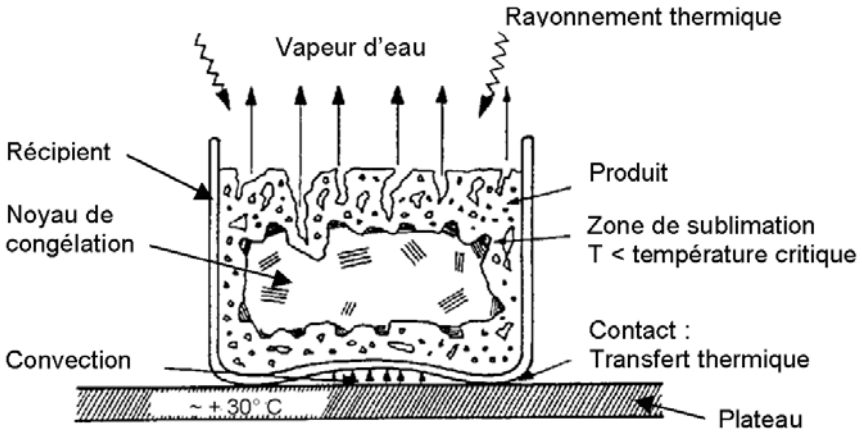
Corrélations intéressantes :

1,0	gramme de glace à		
1,0	mbar suppose un volume de	1	m^3 vapeur
0,1	mbar suppose un volume de	10	m^3 vapeur
0,01	mbar suppose un volume de	100	m^3 vapeur

L’apport d'énergie pendant la lyophilisation

L'apport de chaleur nécessaire à la lyophilisation du produit se fait par contact thermique direct dans la chambre de dessiccation, conduction thermique à travers le gaz ou par rayonnement. Le transfert thermique par contact direct et conduction thermique par gaz sont les sources les plus habituelles de chaleur dans les lyophilisateurs contemporains. Les contraintes provoquées par les phénomènes précédents sont visibles sur le diagramme suivant.

Effets de la lyophilisation d'un produit dans une coupelle



Le transfert thermique se fait par l'intermédiaire des plateaux chauffants, par contact direct par le fond des récipients et/ou par le gaz entre les plateaux et les récipients par convection.

Au début de la sublimation, le transfert thermique par l'intermédiaire des parois du récipient vers le produit congelé est très efficace. Cependant, une couche exempte de glace, poreuse et sèche se forme rapidement et présente un gradient de température entre la paroi du récipient et du produit. La faible conductivité thermique du produit déjà sec peut entraîner une augmentation de température au centre de la glace. Si la température du noyau augmente au-dessus de la température de fusion, le produit commence à décongeler. Ceci s'applique spécialement aux produits non homogènes et aux épaisseurs de couche importantes. Pendant cette phase de lyophilisation, il est important de réguler l'apport de chaleur et de réguler avec précision la température et la pression.

2.5. Dessiccation secondaire

La pression finale de la chambre de dessiccation dépend de la température du condenseur conformément à la courbe de pression de vapeur sur glace:

Par exemple 1,030 mbar correspond à -20°C

0,370 mbar correspond à -30°C

0,120 mbar correspond à -40°C

0,040 mbar correspond à -50°C

0,011 mbar correspond à -60°C

L'appareil est en état de fonctionnement si la température du condenseur est inférieure à -50°C et que la pression soit inférieure à 0,120 mbar.

La pression finale mesurée par le capteur de vide lorsque l'appareil ne contient pas de produit et sa valeur de température de glace correspondante sont principalement déterminées à l'endroit le **plus chaud** de la glace sur le piège. De plus, cette

valeur est affectée par les résidus ou les solvants présents dans le produit montrant une tension de vapeur plus élevée.

2.6. Fin de la lyophilisation et mise à l'atmosphère

Le vide et la température du condenseur peuvent donner une indication sommaire de la fin du séchage. La charge en glace du condenseur n'augmente plus et le condenseur atteint une température finale d'environ -55°C ou -85°C. La pression dans la chambre de dessiccation diminue du fait de la température du condenseur.

La pompe à vide est arrêtée et la chambre de dessiccation est mise à l'atmosphère avec une vanne en caoutchouc ou la vanne de mise à l'air au côté gauche de l'appareil. Au lieu d'air, l'appareil peut aussi être rempli d'azote ou d'un autre gaz inerte par la vanne de mise à l'air.

ATTENTION ! Surpression max. 0,2 bar !

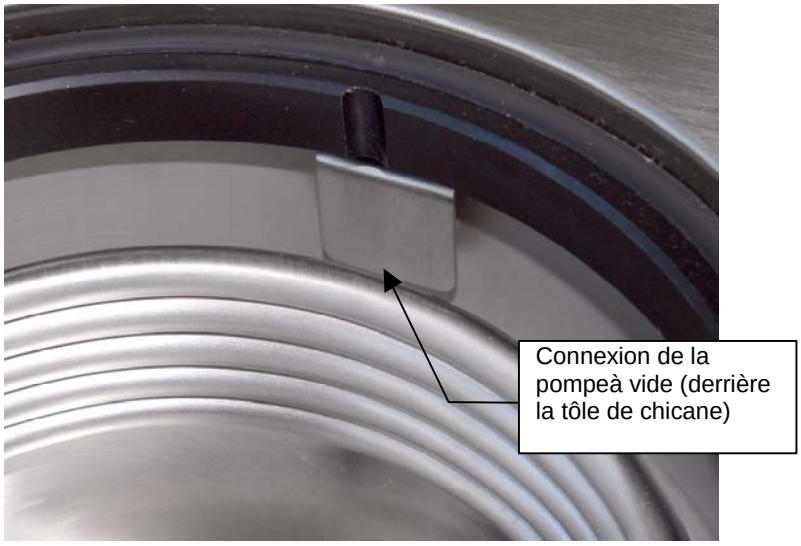
Mettre ensuite l'appareil hors tension et retirer le produit.

2.7. Dégivrage

Le dégivrage du piège se fait à température ambiante ou avec de l'eau chaude. Le piège doit être au maximum rempli d'eau à la moitié de sa contenance.

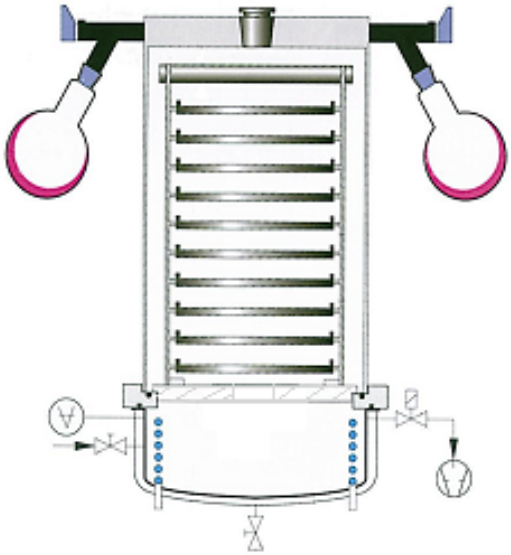
Pendant le dégivrage avec de l'eau (chaude) il est important que l'eau n'entre pas dans la connexion du tuyau de la pompe à vide ni dans le capteur de vide (voir photo).

Les condensats sont vidangés par la vanne de vidange du côté gauche de l'appareil. Pour cela, connecter un tuyau sur le raccord. Collecter les condensats dans un récipient.



3. Description des processus de lyophilisation

3.1. Congélation à part et lyophilisation à l’extérieur du piège (processus B) sur des plateaux



Retirer d’abord les éventuels résidus d’eau du piège. Ouvrir la vanne de vidange pour pouvoir vidanger l’eau résiduelle. Essuyer le piège pour le sécher si nécessaire.

Afin de pré-réfrigérer le condenseur et de préchauffer la pompe à vide, activer le groupe frigorifique et la pompe à vide dans le système de contrôle de l’appareil. La vanne est fermée pendant le préchauffage de la pompe à vide. Pour les appareils qui ne sont pas équipés d’une vanne régulatrice de pression électromagnétique, il est conseillé d’utiliser un robinet d’arrêt à main. Autrement, il faut renoncer au préchauffage de la pompe à vide.

Déposer le portoir sur la plaque de base. Pour les petits échantillons, il est conseillé de pré-réfrigérer les plateaux afin d’éviter une décongélation partielle pendant le processus de mise sous vide.

La dessiccation primaire est le premier pas pour la congélation séparée et la dessiccation à l'extérieur du piège. Dès que les plateaux avec les échantillons pré-congelés sont mis dans l'appareil, fermer l'appareil et la chambre de dessiccation et commencer le processus. Pour cela, activer dans le système de contrôle de l'appareil la phase de processus « dessiccation primaire » pour ouvrir la vanne régulatrice de pression et commencer la dessiccation primaire (voir chapitre 5.6).

3.2. Congélation séparée et lyophilisation à l'extérieur du piège (type B) avec système de bouchage

Retirer les éventuels résidus d'eau du piège. Ouvrir la vanne de vidange pour pouvoir vidanger l'eau résiduelle. Essuyer le piège pour le sécher si nécessaire.

Afin de pré-réfrigérer le condenseur et de préchauffer la pompe à vide, activer le groupe frigorifique et la pompe à vide dans le système de contrôle de l'appareil. La vanne est fermée pendant le préchauffage de la pompe à vide. Pour les appareils qui ne sont pas équipés d'une vanne régulatrice de pression électromagnétique, il est conseillé d'utiliser un robinet d'arrêt à main. Autrement, il faut renoncer au préchauffage de la pompe à vide.

Déposer le portoir sur la plaque de fond. Pour les petits échantillons, il est conseillé de pré-réfrigérer les plateaux afin d'éviter une décongélation partielle pendant le processus de mise sous vide.

Avec le système de bouchage, l'utilisateur peut boucher des flacons d'injection avec des bouchons en caoutchouc renforcé sur un ou deux plateaux (selon le type d'appareil) sous vide ou sous gaz inerte. Pour cela, les plateaux sont déplacés les uns contre les autres sur une plaque d'appui à l'aide d'un axe.

L'utilisateur doit ajuster la hauteur de la plaque d'appui en fonction de la hauteur des flacons. Retirer la vis de réglage de la hauteur. Visser la tige filetée dans le plateau inférieur jusqu'à ce que la tête fendue soit à niveau avec le support (bords supérieurs).

Serrer ensuite la plaque d'appui avec la vis de réglage de façon à ce qu'elle repose sur ou reste légèrement au-dessus du bouchon en caoutchouc. En cas d'utilisation de plusieurs plateaux, chaque plateau est également placé directement ou immédiatement au-dessus des bouchons en caoutchouc, comme la plaque d'appui.

A la place du bouchon, insérer la tige rotative étanche au vide dans l'orifice standard rodé de la chambre de dessiccation. Avant de l'insérer, graisser la surface rodée de la tige avec de la graisse à vide.

Lorsque la lyophilisation est terminée, tourner le levier de la tige rotative vers la droite jusqu'à apparition d'une sensation de résistance.

Pour boucher les flacons, tous les plateaux doivent être remplis. Pour les petites quantités, disposer uniformément au moins trois espaceurs sur chaque plateau (en fonction de la hauteur des flacons avec bouchon en caoutchouc).

Des espaceurs appropriés sont disponibles sur demande.

3.3. Congélation séparée et lyophilisation de liquides dans des flacons (type B)

Retirer les éventuels résidus d'eau du piège. Ouvrir la vanne de vidange pour pouvoir vidanger l'eau résiduelle. Essuyer le piège pour le sécher si nécessaire.

Afin de pré-réfrigérer le condenseur et de préchauffer la pompe à vide, activer le groupe frigorifique et la pompe à vide dans le système de contrôle de l'appareil. La vanne est fermée pendant le préchauffage de la pompe à vide. Pour les appareils qui ne sont pas équipés d'une vanne régulatrice de pression électromagnétique, il est conseillé d'utiliser un robinet d'arrêt à main. Autrement, il faut renoncer au préchauffage de la pompe à vide.

Pour lyophiliser à l'extérieur du piège, différents manifolds et chambres de dessiccation compatibles avec les robinets en caoutchouc ainsi que d'autres accessoires sont disponibles (voir le catalogue d'accessoires). Installer la chambre de dessiccation à plusieurs connexions directement sur le joint d'étanchéité. Connecter les manifolds avec joints rodés standards NS 45/40 par l'intermédiaire de l'orifice rodé du couvercle acrylique.

Pour assurer une connexion étanche au vide et pour simplifier le retrait des accessoires, graisser légèrement la surface rodée avant utilisation avec de la graisse à vide. Mettre ensuite l'accessoire en question en place et tourner de 360° pour distribuer uniformément la graisse.

Avant toute utilisation ultérieure, il est nécessaire de nettoyer et graisser les surfaces rodées.

Avant de commencer la lyophilisation, il est nécessaire de vérifier que toutes les vannes sont fermées.

Activer la phase du processus « dessiccation primaire » dans le système de contrôle. La vanne régulatrice de pression ouvre et la dessiccation primaire commence.

Attention :

Ne pas connecter les échantillons congelés sur les robinets avant d'avoir atteint une pression inférieure à 1,030 mbar.

Congeler les liquides dans des flacons suivant le principe de la congélation par rotation, manuellement ou avec un appareil rotatif. Du fait de ce processus de congélation, l'épaisseur de la couche est réduite et la durée de lyophilisation s'en trouve considérablement écourté.

La plupart des manifolds et robinets disponibles permettent une connexion et un retrait des flacons en continu pendant le processus de lyophilisation. Chaque robinet est équipé d'un dispositif d'isolement et de mise à l'atmosphère.

Si les robinets en caoutchouc ou en acier spécial se grippent, ils doivent être démontés, nettoyés, légèrement graissés avec de la graisse à vide et remontés.

Il est possible de connecter à chaque robinet un distributeur pour 15 ampoules.

Avec un distributeur, un maximum de 15 ampoules peuvent être simultanément congelées et connectées sur le manifold.

3.4. Congélation séparée et lyophilisation de liquides dans des ampoules (type B)

Afin de pré-réfrigérer le condenseur et de préchauffer la pompe à vide, activer le groupe frigorifique et la pompe à vide dans le système de contrôle de l'appareil. La vanne est fermée pendant le préchauffage de la pompe à vide. Pour les appareils qui ne sont pas équipés d'une vanne régulatrice de pression électromagnétique, il est conseillé d'utiliser un robinet d'arrêt à main. Autrement, il faut renoncer au préchauffage de la pompe à vide.

Le manifold pour ampoule est équipé de bouchons pour connecter un maximum de 48 ampoules afin de pouvoir le mettre sous vide à l'avance.

Installer sur le milieu du premier tuyau la pince pour tuyau fournie et retirer le bouchon. Le vide est maintenu dans le système.

Congeler le liquide dans l'ampoule, soit dans un congélateur, soit par rotation dans un bain réfrigérant.

Si une congélation instantanée est nécessaire, nous conseillons de congeler l'échantillon dans l'azote liquide ou dans un bain réfrigérant.

Connecter ensuite l'ampoule sur le tuyau et retirer la pince du tuyau. Cela permet d'abaisser subitement la pression partielle dans l'ampoule et par conséquent d'éviter une décongélation partielle pendant la mise sous vide.

Avec cette procédure, l'utilisateur peut connecter une ampoule après l'autre.

Le scellement des ampoules se fait de la même façon. Le tuyau de l'ampoule à sceller est pincé et l'ampoule est scellée sous vide à l'aide d'un chalumeau.

Si l'ampoule se brise pendant le scellement, le vide de la chambre de dessiccation n'est pas affecté car le tuyau est fermé avec la pince.

Retirer le verre restant de l'ampoule et fermer le tuyau avec un bouchon.

Les ampoules peuvent ainsi être scellées une après l'autre ou de nouvelles ampoules peuvent être raccordées.

4. Installation et mise en service

4.1. Emplacement

AVERTISSEMENT ! Ne pas placer de papier, vêtement ou d'objets similaires derrière l'appareil car cela empêcherait la circulation d'air sur l'échangeur thermique.

Positionner le lyophilisateur horizontalement. La température ambiante doit être comprise entre +10°C min. et +32°C max.

Le compresseur de réfrigération du lyophilisateur est refroidi par air. Une circulation d'air suffisante est nécessaire. Respecter une distance d'au moins 30 cm avec le mur. Ne pas installer l'appareil à proximité de radiateurs ou de sources de chaleur et éviter l'exposition directe au soleil.

En cas de circulation d'air insuffisante ou de température ambiante excessive, la pression et la température augmentent dans le système de réfrigération. En cas d'un dépassement de la pression de service admissible, le système de réfrigération peut tomber en panne.

Les connexions suivantes sont nécessaires sur l'emplacement d'installation:

4.2. Raccordement au secteur

La tension de fonctionnement sur la plaque d'identification doit correspondre à celle délivrée par le secteur local.

Les lyophilisateurs CHRIST sont des appareils de classe de sécurité I et sont équipés d'un câble de connexion à trois conducteurs et d'une fiche antichoc.

4.3. Fusibles

Le lyophilisateur doit être protégé par un fusible de 16 A.

4.4. Vérification de la connexion à la terre

Une vis permettant de corriger le potentiel de terre est située sur le panneau arrière du lyophilisateur. La vérification peut se faire à l'aide d'un appareil de mesure approprié.

4.5. Aération

Utiliser la vanne de mise à l'air et de vidange qui est située en bas sur le panneau gauche de l'appareil pour ventiler le piège.

Pour sceller par exemple des bouteilles de sérum sous azote au lieu du vide, utiliser l'embout de la vanne de mise à l'air pour remplir le piège d'azote.

ATTENTION ! Surpression max. 0,2bar !

4.6. Condensat et eau de dégivrage

Les condensats et l'eau de dégivrage sont vidangés par la vanne de mise à l'air et de vidange en bas sur le côté gauche de l'appareil. Pour vidanger les condensats et l'eau de dégivrage, placer le tuyau fourni dans l'embout. Récupérer les condensats et l'eau de dégivrage dans un récipient.

Les condensats et l'eau de dégivrage peuvent également être vidangés directement par le tuyau. Les condensats et l'eau de dégivrage doivent pouvoir s'écouler librement. Le tuyau doit pour cela présenter une pente descendante régulière. Vérifier qu'aucune quantité d'eau ne reste dans le tuyau. L'extrémité du tuyau doit toujours se trouver au-dessus du niveau du liquide dans le récipient de récupération de l'eau et du condensat. Cela élimine le risque d'aspiration d'eau et de résidus sales dans le piège en cas de présence de vide lors de l'ouverture de la vanne de vidange.

L'aération de l'appareil à la fin du processus de lyophilisation s'effectue également par l'intermédiaire de la vanne de vidange.

4.7. Echappement de la pompe à vide

La pompe à vide qui se trouve à part doit fonctionner avec la vanne de lest d'air ouverte pendant la dessiccation primaire. Normalement, les gouttelettes d'huile résultantes doivent être retenues dans un filtre d'échappement ou évacuées.

Connecter un tuyau de ½" sur la bride d'échappement de la pompe à vide RZ-2 ou RC-5 et un tuyau de ¾" sur la bride d'échappement de la pompe à vide DUO 5 ou DUO 10. Diriger le tuyau vers l'air libre ou vers une évacuation.

Installer le tuyau de façon à ce qu'un retour de résidus de condensation vers la pompe soit impossible. Avec des conduites ascendantes, il est préférable d'utiliser un séparateur (flacon de Woulfe ou bouteille de lavage) dans le tuyau.

Nous conseillons d'installer un filtre d'échappement (séparateur de gouttelettes d'huile). Le filtre empêche la pollution de l'air par des gouttelettes d'huile émises par la pompe à vide dans des quantités dépendantes de la pression de fonctionnement.

Le filtre est installé sur la petite bride de connexion de la pompe à vide.

Le filtre est équipé d'une vanne régulatrice de pression qui indique la saturation du filtre. Nettoyer ou remplacer la cartouche de filtre au plus tard lorsque la vanne régulatrice de pression est activée. L'huile collectée est visible à travers le regard et peut être vidangée par la vis de vidange.

(Se référer au manuel d'utilisation de la pompe à vide !)

4.8. Mise en service initiale

ATTENTION! Vérifier que le lyophilisateur est correctement installé avant de le mettre en service (voir paragraphe 4.1 « Emplacement » et les paragraphes suivants).

4.8.1. Eléments de contrôle et composants fonctionnels

Soupape de ventilation
et vanne de vidange

Piège

Condenseur

Système de contrôle LD_{plus}

Commutateur d'alimentation

Connexion de l'alimentation électrique de la vanne régulatrice de pression et de la vanne d'arrêt

Connexion de vide

Interface sérielle pour le capteur de vide

Connexion interface supplémentaire (option, accessoire à part)

Plaque d'identification

Connexion de l'alimentation électrique de la pompe à vide

Echangeur thermique du groupe frigorifique

Vis d'équilibrage de potentiel pour le contrôle du conducteur de protection et pour la connexion centrale de terre.

Raccordement au secteur et coupe-circuit de secteur

4.8.2. Raccordement du capteur de vide, de la pompe à vide et de la vanne régulatrice de pression

Schéma de processus

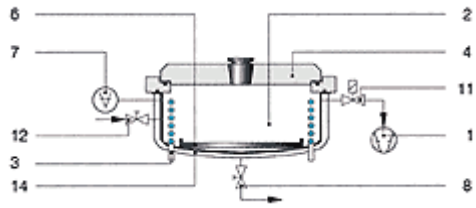


Abb. 1

Processus A (système à une chambre):

Congélation et séchage très soigneux des substances à bas point de congélation ou des substances thermolabiles sur un plateau refroidi dans le piège (voir Fig. 1).

Récipients de lyophilisation (exemples):

- cuvettes
- flacons d'injection (fermeture sous vide)

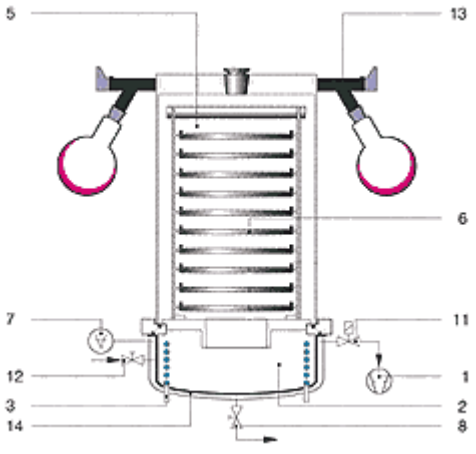


Abb. 2

Processus B (système à deux chambres):

Congélation séparée (par exemple dans un congélateur) et séchage à l'extérieur du piège (voir Fig. 2).

Récipients de séchage (exemples):

- cuvettes
- flacons d'injection (fermeture sous vide)
- ballons à fond rond, flacons à col large
- ampoules

1 Pompe à vide
2 Piège
3 Condenseur
4 Couvercle en verre
5 Chambre de dessiccation
6 Plateau chauffé
7 Capteur de vide
8 Vanne de vidange
11 Vanne régulatrice de pression
12 Vanne d'aération
13 Robinet en caoutchouc
14 Isolation

Connecter les composants accessoires sur le lyophilisateur **ALPHA 1-2 LD$_{plus}$** conformément au schéma de montage. Respecter les instructions suivantes.

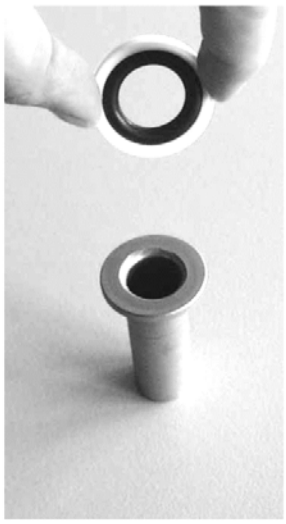
Utiliser les bagues de centrage et les brides de fixation avec écrous papillon pour les connexions (connexions à petites brides conformément à ISO 28403 respectivement DIN 2861, voir les instructions suivantes).

Instructions de raccordement des bagues de centrage et des brides de fixation :

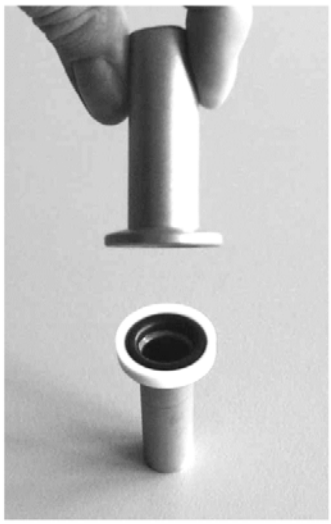
Des connexions à petites brides qui ne sont pas correctement montées causent souvent des problèmes de vide considérables.

Détacher la connexion et centrer la bague de centrage (avec bague d'étanchéité intérieure) entre les deux brides à connecter. Refermer la connexion avec la bride de fixation en serrant le papillon.

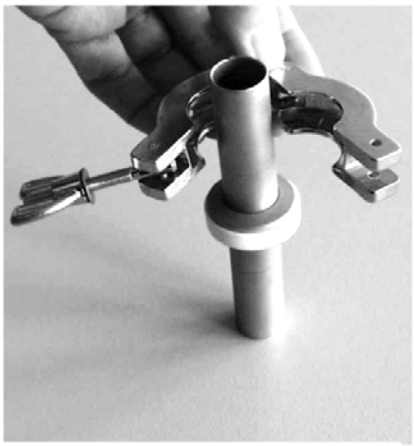
Vérifier que la bague de centrage reste dans la position correcte.



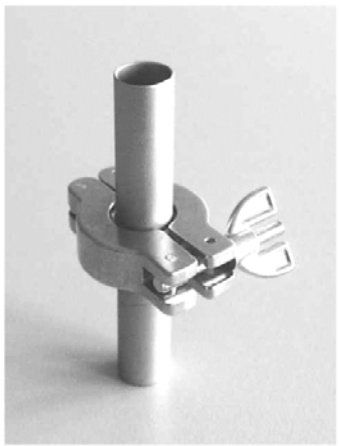
Petite bride et
bague de centrage



Petite bride avec bague de
centrage placée et petite bride



Montage de la bride de fixation



Serrage de la bride de fixation

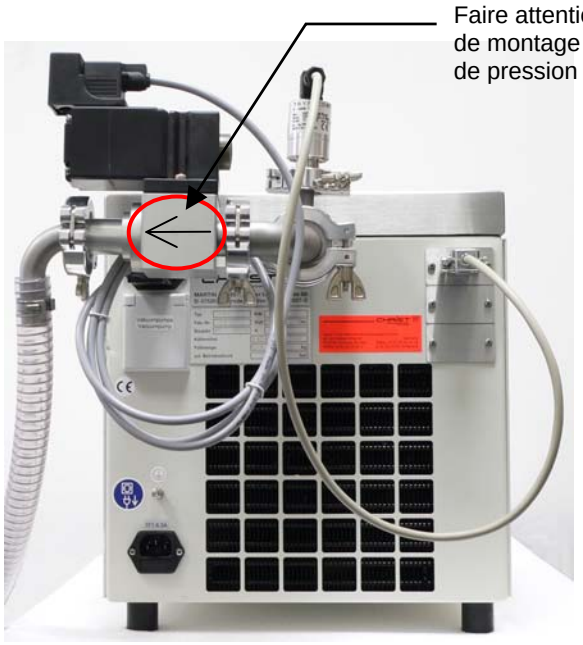
Installation du capteur de vide VSP62

Raccorder le capteur de vide horizontalement à la connexion de vide située en haut sur le panneau arrière de l'appareil en utilisant une bague de centrage et une bride de fixation. Raccorder le câble de raccordement du capteur à la douille de raccordement sur le panneau arrière de l'appareil.

Après la mise en marche, le capteur de vide a besoin de quelques minutes pour atteindre la température de service.

Installation de la vanne régulatrice de pression

Monter la vanne régulatrice de pression (si disponible) entre l'appareil de lyophilisation et la pompe à vide. Connecter le câble de la vanne dans la prise de l'appareil située sur le panneau arrière.



Installation de la pompe à vide

Raccorder la pompe à vide à l'appareil et connecter le cordon de raccordement dans la prise sur le panneau arrière de l'appareil.

Les gaz d'échappement de la pompe à vide doivent être filtrés ou dérivés.

Fermer la vanne de mise à l'air et la vanne de vidange sur le panneau gauche de l'appareil.

Monter une chambre de dessiccation ou un couvercle sur le piège du condenseur.

Fermer les robinets en caoutchouc de la chambre de dessiccation (si disponibles).

Les autres accessoires commandés (par exemple plateaux) sont ajoutés en conséquence.

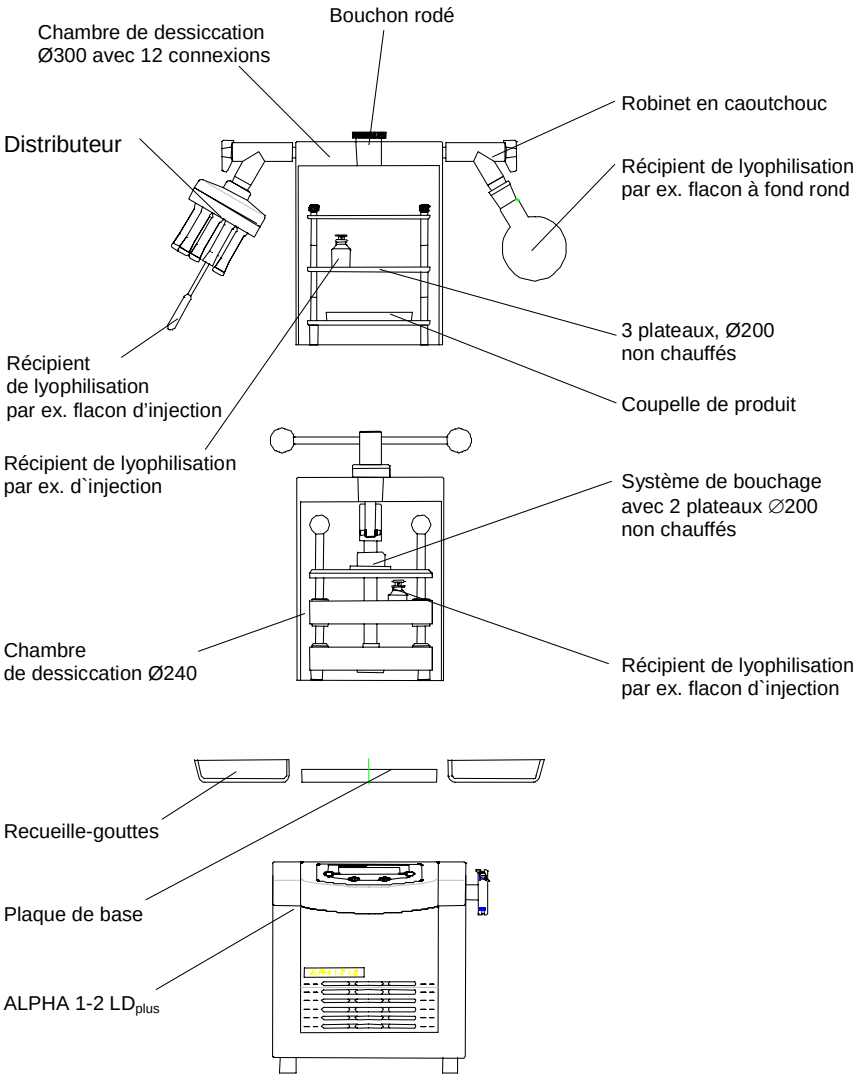
4.8.3. Schéma de principe des composants accessoires

Les autres composants accessoires (par exemple une chambre de dessiccation, les plateaux, les connexions pour flacons à fond rond) seront complétés selon l'étendue de la fourniture.

Exemple : Composants accessoires pour la dessiccation sur 2 plateaux non chauffants avec dispositif de bouchage pour flacons d'injection (sans pompe à vide).

Exemple : Composants accessoires pour la dessiccation sur 3 plateaux non chauffants avec des robinets en caoutchouc à fermeture individuelle pour des flacons à fond rond ou des flacons à col large (sans pompe à vide).

Composants accessoires possibles pour le **ALPHA 1-2 LD$_{plus}$** :



4.8.4. Note concernant l’utilisation des robinets en caoutchouc

Le robinet en caoutchouc (numéro de commande 121860) peut être utilisé pour raccorder des flacons à col large, des ballons à fond rond et d’autres pièces accessoires à un manifold ou à une chambre de dessiccation.

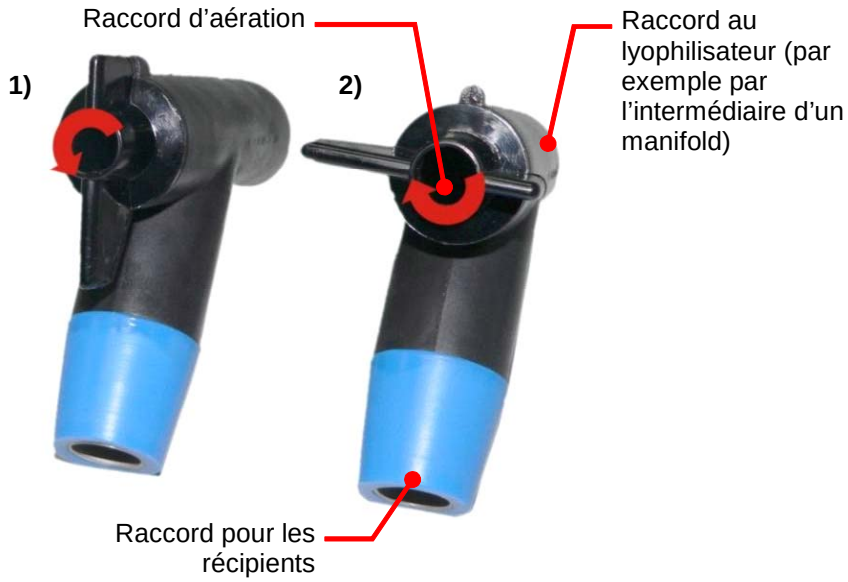


Fig. 1) Raccord d’aération fermé, raccord pour les récipients ouvert
2) Raccord d’aération ouvert, raccord pour les récipients fermé

Le robinet a deux positions (voir l’illustration). On peut tourner le levier d’arrêt de sorte que l'équipement au raccord pour les récipients puisse être raccordé au lyophilisateur (1) ou aéré (2). Cela permet d'échanger des récipients pendant le processus.

4.8.5. Mise en marche

Utiliser le commutateur d'alimentation situé sur le côté droit de l'appareil.

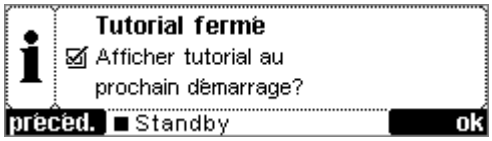
Le système de contrôle LD_{plus} effectue d'abord un contrôle automatique et une initialisation. Cela peut durer quelques secondes.

Lors de la première mise en marche de l'appareil (après la livraison), l'utilisateur est guidé à travers un tutorial qui lui facilite l'initiation au système de contrôle LD_{plus}.

Sélectionner d'abord la langue avec les touches HAUT ⊙ et BAS ⊙ et appuyer sur la touche logicielle `suivant` ▬○ pour confirmer la sélection.

Ensuite, l'utilisateur est guidé pas à pas à travers le tutorial.

A la fin, le système demande si le tutorial doit à nouveau être affiché à la prochaine mise en marche de l'appareil.

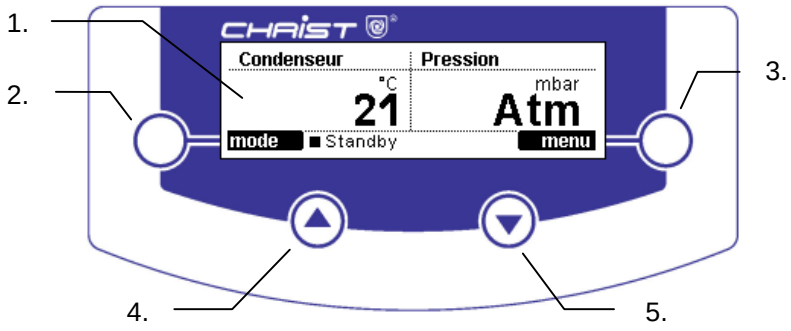


5. Système de contrôle LD$_{plus}$

5.1. Introduction

Le sigle LDplus (**L**yo **D**isplay **Plus**) est le nom de notre interface utilisateur confortable pour le contrôle intuitif des processus de lyophilisation.

5.2. Le panneau de commande LD$_{plus}$



1. Ecran illuminé à cristaux liquides (240x64 pixels)
2. Touche logicielle gauche
3. Touche logicielle droite
4. Touche « HAUT »
5. Touche « BAS »

5.3. Brève description de la commande

Le système de contrôle LDplus peut être commandé à l’aide de quatre touches qui se trouvent sur l’écran.

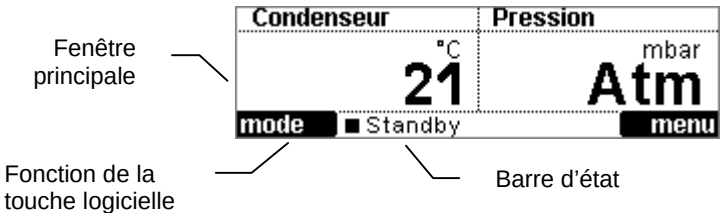
Les quatre touches ○▬ ▬○ ⊙ ⊙ ont les fonctions suivantes:

- Touche logicielle gauche ○▬ et touche logicielle droite ▬○
  Les touches logicielles sont des touches ayant des fonctions dynamiques. La fonction actuelle de la touche est affichée sur l’écran à côté de la touche. Les touches logicielles permettent de commander le système de contrôle de l'appareil d'une manière simple et transparente.
- Touche « HAUT » ⊙ et touche « BAS » ⊙
  Les touches « HAUT » ⊙ et « BAS » ⊙ permettent de sélectionner les valeurs de consigne ou les valeurs effectives à afficher dans la fenêtre de valeurs. La touche « HAUT » ⊙ est attribuée à la fenêtre de valeurs gauche et la touche « BAS » ⊙ à la fenêtre de valeurs droite. La pression sur une touche fait défiler les valeurs de consigne et les valeurs effectives sur l’écran. Dans un menu, la touche « HAUT » ⊙ et la touche « BAS » ⊙ permettent de déplacer le système de focalisation. Lors de l'entrée de paramètres, elles sont utilisées afin de modifier une valeur.

5.4. Composants visuels du système de contrôle LDplus

L'écran à cristaux liquides est divisé en trois zones:

1. Fenêtre principale
2. Barre d'état
3. Fonction de la touche logicielle



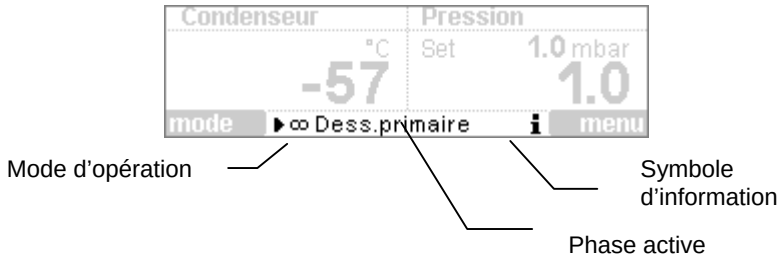
5.4.1. Fenêtre principale

Les valeurs de consigne et les valeurs effectives ainsi que les menus et des informations concernant le processus actuel sont affichés dans la fenêtre principale.

5.4.2. Barre d'état

La barre d'état montre le mode d'opération actuel et la phase active ainsi que d'autres informations. La barre d'état est toujours visible.

Structure de la barre d'état :



5.4.2.1. Mode d'opération

- ■ Standby
  Le lyophilisateur est en mode « Standby ». Toutes les unités sont désactivées.

- ▸∞
  Le lyophilisateur est en mode « Marche ». Le temporisateur est désactivé.

- ▶🕒
  Le lyophilisateur est en mode « Marche ». Le temporisateur est activé.

5.4.2.2. Phase active

- `Congélation`
  Le condenseur est refroidi.
- `Préchauffage pompe à vide`
  Le condenseur est refroidi et la pompe à vide est activée. La vanne régulatrice de pression est fermée. Si le système n'est pas équipé d'une vanne régulatrice de pression, la chambre de dessiccation doit être séparée de la pompe à vide à l'aide d'une vanne manuelle.
- `Dessiccation primaire`
  La chambre de dessiccation est évacuée quand le condenseur est refroidi. Si le système est équipé d'un système de régulation de vide, le vide est réglé avec la valeur de consigne correspondante pour la dessiccation primaire.
- `Dessiccation secondaire`
  La dessiccation secondaire n'est disponible que si le système est équipé d'un système de régulation de vide. Il est possible de spécifier des paramètres de réglage différents (valeur de consigne pour le vide, temporisateur) pour la dessiccation primaire et la dessiccation secondaire.

5.4.2.3. Symbole d'information

Le symbole d'information clignote une fois par seconde s'il y a des informations concernant le processus ou l'appareil, par exemple des messages d'erreur, des messages de processus ou des informations générales. Les informations peuvent être affichées dans la fenêtre du système d'information du processus et de l'appareil sous `Menu -> Système d'information`.

5.4.3. Fonction de la touche logicielle

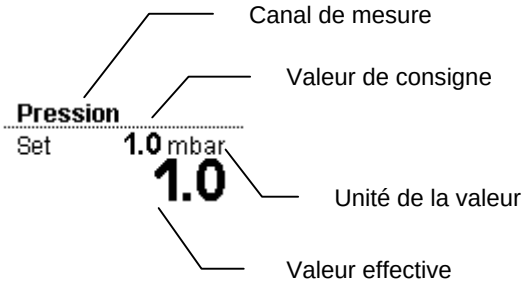
Les touches logicielles sont des touches ayant des fonctions dynamiques. La fonction actuelle de la touche est affichée sur l'écran juste à côté de la touche dans la zone noire.

Dans l'image, la touche logicielle à gauche a la fonction `mode` ○▬ et la touche logicielle à droite a la fonction `menu` ▬○.

5.5. Fenêtre de valeurs

La fenêtre de valeurs est affichée après l'initialisation du système de contrôle LDplus. Elle est divisée en deux zones : la fenêtre de valeurs gauche et la fenêtre de valeurs droite.

Les deux fenêtres sont structurées comme suit :



Utiliser la touche « HAUT » ⊙ pour sélectionner le canal de mesure à afficher dans la fenêtre de valeurs gauche. La touche « BAS » ⊙ sert à sélectionner le canal de mesure dans la fenêtre de valeurs droite.

Les canaux de mesure suivants sont disponibles :

- Durée totale
  compte la durée du processus entier
- Durée de section
  compte la durée d'une phase (congélation, préchauffage de la pompe à vide, etc.)
- Température du condenseur
  Température du condenseur
- Vide en mbar
  Le vide dans la chambre de dessiccation. Ce canal de mesure ne peut être sélectionné que si un capteur de vide est installé.
- Vide converti en °C
  Le vide dans la chambre de dessiccation en °C, converti selon la courbe de pression de vapeur sur glace pour l'eau (voir le chapitre « Généralités sur la lyophilisation »). Ce canal de mesure ne peut être sélectionné que si un capteur de vide est installé.

5.6. Mode

Appuyer sur la touche logicielle gauche `mode` ○▬ pour sélectionner un mode quand la fenêtre de valeurs est active. La fonction `mode` ○▬ comprend la sélection de mode et la sélection de phase.

La lyophilisation comprend les quatre phases suivantes:

- Congélation
- Préchauffage de la pompe à vide

- Dessiccation primaire
- Dessiccation secondaire

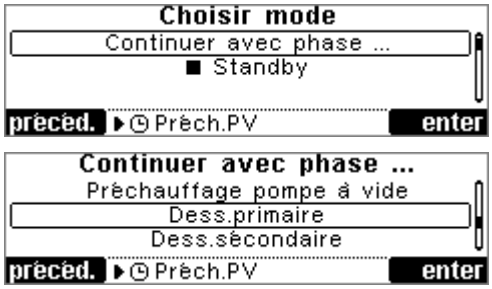
5.6.1. Commencer le processus de dessiccation

Si l'appareil est en mode « Standby » quand la touche logicielle mode ○▬ est appuyée, le système de contrôle demande avec quelle phase le processus de lyophilisation doit commencer.

Si la lyophilisation doit commencer directement avec la dessiccation primaire ou secondaire, le système de contrôle demande si la pompe à vide doit être préchauffée. Répondre avec oui ▬○ ou non ○▬.

5.6.2. Changer la phase

Si le système est en mode « Marche », vous pouvez appeler la phase suivante ou terminer le processus à l'aide de « Standby ».



5.6.3. Temporisateur

Si le temporisateur est actif pour la phase (valeur de consigne pour le temporisateur >= 1 minute), le système de contrôle demande après l'écoulement du temps réglé si vous voulez continuer avec la phase suivante.

Si la dernière phase est active, le système demande si vous voulez continuer ou terminer le processus (« Standby »).

Choisir une valeur de consigne infinie ∞ pour désactiver le temporisateur.

Il y a l'option que la phase suivante est appelée automatiquement après l'écoulement du temps préréglé.

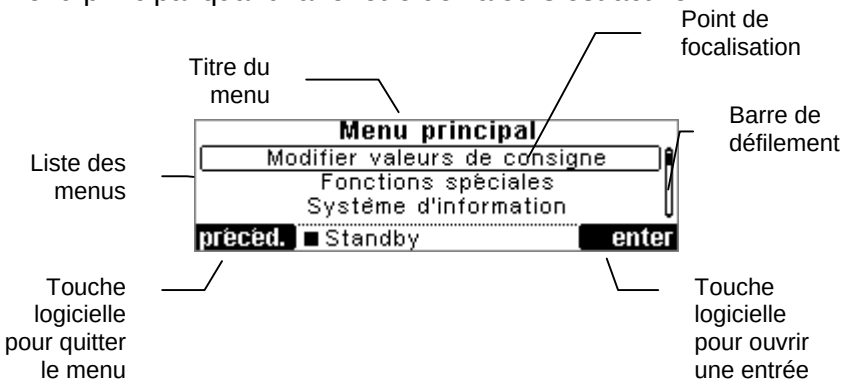
Cela ne s'applique qu'au changement de phase de :

- Congélation ➲ Préchauffage pompe à vide
- Dessiccation primaire ➲ Dessiccation secondaire

Activer l'option sous `Menu -> Options -> Réglages -> Changer phase automatiquement`.

5.7. Menu principal

Appuyer sur la touche logicielle droite `menu` pour appeler le menu principal quand la fenêtre de valeurs est active.



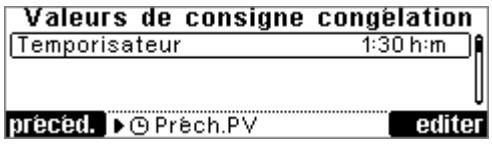
Les entrées individuelles sont expliquées en détail dans les sections suivantes:

5.7.1. Modifier les valeurs de consigne

Définition des valeurs de consigne pour les phases congélation, dessiccation primaire et dessiccation secondaire.

Choisir d'abord la phase.

Sélectionner la valeur de consigne avec le système de focalisation.



Appuyer sur la touche logicielle droite `éditer` pour appeler le mode d'édition. Le point de focalisation est affiché en inverse. La valeur de consigne peut maintenant être modifiée dans un domaine admissible avec la touche « HAUT » et la touche « BAS ».

La valeur de consigne peut être confirmée à l'aide de `ok` ou annulée à l'aide de `annuler`. Le mode d'édition est quitté.

5.7.1.1. Valeurs de consigne pour la congélation

- **Temporisateur**
  Temps pour la durée de section de la phase de congélation. On peut régler une durée entre 1 minute et 200 heures. Si la valeur de consigne est infinie ∞, le temporisateur est désactivé pour la phase de congélation.

5.7.1.2. Valeurs de consigne pour la dessiccation primaire et secondaire

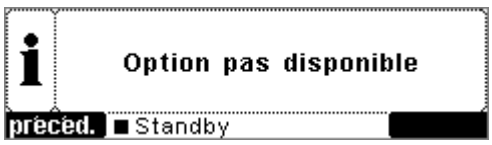
- **Temporisateur**
  Temps pour la durée de section de la phase de dessiccation primaire ou secondaire. Si la valeur de consigne est infinie ∞, le temporisateur est désactivé pour la phase de dessiccation primaire ou pour la phase de dessiccation secondaire.
- **Vide**
  Valeur de consigne de défaut pour le vide de réglage dans la chambre de dessiccation pendant la dessiccation primaire ou secondaire. Le système optionnel de régulation de vide doit être installé. La gamme de valeurs de 6,1 mbar à 0,0010 mbar peut être sélectionnée à des intervalles de 1°C selon la courbe de pression de vapeur sur glace pour l'eau.

Les valeurs de consigne pour la dessiccation secondaire ne sont disponibles que si le système optionnel de régulation de vide est installé.

5.7.2. Fonctions spéciales

Le menu « Fonctions spéciales » permet de commander les composants accessoires spéciaux du lyophilisateur (système de dégivrage et élévateur électrique).

Si une option n'est pas installée dans le lyophilisateur, cela est indiqué par le message `Option pas disponible`.



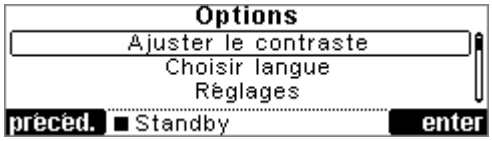
Une description détaillée des fonctions spéciales se trouve dans le chapitre « Fonctions spéciales LDplus ».

5.7.3. Système d'information du processus et de l'appareil

Pour d'autres informations voir le chapitre du système d'information du processus et de l'appareil.

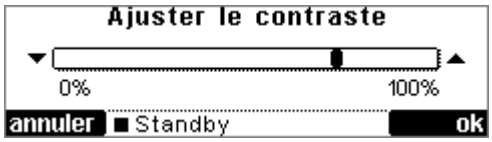
5.7.4. Options

Le menu `Options` comprend les fonctions `Contraste`, `Langue`, `Réglages` et `Service`.



5.7.4.1. Contraste

Le menu `Contraste` sert à modifier le contraste de l'écran à cristaux liquides. Il faut l'adapter aux conditions de lumière du site d'implantation du lyophilisateur.



5.7.4.2. Langue

Le système de contrôle LDplus peut être commandé en allemand, anglais ou en français.

5.7.4.3. Réglages

Sous `Réglages`, l'utilisation de l'appareil et la commande des processus du système de contrôle peuvent être adaptées de manière individuelle.

Préchauffage pompe à vide
Durée nécessaire pour préchauffer la pompe à vide. Si nécessaire, consulter le mode d'emploi de la pompe à vide. Une durée de préchauffe entre 5 et 60 minutes peut être réglée.

Changement de phase automatique
Après l'écoulement du temps préréglé (temporisateur actif), le système appelle automatiquement la phase suivante.

Cela ne s'applique qu'au changement de phase de :

- Congélation ➲ Préchauffage pompe à vide
- Dessiccation primaire ➲ Dessiccation secondaire

Clic en actionnement
L'actionnement d'une touche produit un bref signal sonore.

Représentation fine de la température
Les températures sont affichées avec une résolution de $^{1}/_{10}$°C dans la fenêtre de valeurs, sinon avec une résolution de 1°C.

Dégivrage du condenseur
Temps nécessaire pour dégivrer le condenseur

5.7.4.4. Service

Configuration LDplus

Configuration des composants accessoires (options). Si une certaine option est installée, elle doit être activée avec « oui ». Si elle n'est pas installée, elle doit être désactivée avec « non ».

Options possibles:

- Capteur de vide
- Système de réglage de vide
- Dégivrage du condenseur
- Elévateur électrique

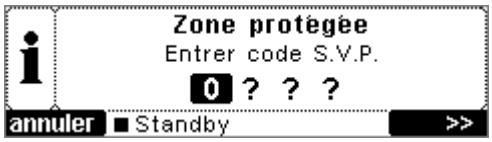
Charger réglages par défaut

Toutes les valeurs de consignes et tous les paramètres sont remis à l'état de configuration usine de l'appareil.

Menu de service étendu

Le menu de service étendu est réservé exclusivement au service après-vente.

Cette zone est protégée par un mot de passe et ne pas accessible à l'utilisateur.



5.7.5. Tutorial

Commence le tutorial pour le système de contrôle LDplus.

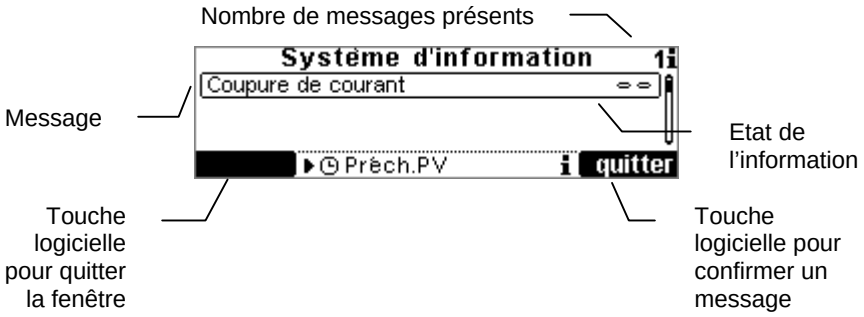
5.8. Système d’information du processus et de l’appareil

Une liste détaillée des messages d’erreur se trouve dans le chapitre « Instructions pour corriger des erreurs ».

La fenêtre du système d’information du processus et de l’appareil est appelée quand le système de contrôle LDplus génère une nouvelle information. Vous pouvez également regarder s’il y a des messages dans le menu principal sous `Menu -> Système d’information`.

S’il n'y a pas d’information, le message suivant est affiché.

S’il y a un message, le système produit un signal sonore, le symbole d’information **i** apparaît dans la barre d'état et la fenêtre du système d'information du processus et de l'appareil est appelée. Si l’utilisateur se trouve dans un menu, la fenêtre du système d’information du processus et de l’appareil n’est appelée que si l’utilisateur quitte le menu principal.



5.8.1. Etat de l’information

Chaque information affichée dans la fenêtre du système d’information du processus et de l’appareil reçoit un certain état.

- ▣ = Information présente, non confirmée
- ▣ ✓ Information présente, confirmée
- = = Information plus présente, non confirmée

Dès qu’une information n’est plus présente mais confirmée, l’information est éliminée dans la fenêtre du système de contrôle du processus et de l'appareil.

Le signal sonore continue jusqu’à ce que toutes les informations aient été confirmées.

Afin de quitter la fenêtre du système de contrôle du processus et de l'appareil et afin de faire apparaître la touche logicielle précéd. ○▬, toutes les informations doivent être confirmées.

5.9. Fonctions spéciales LDplus

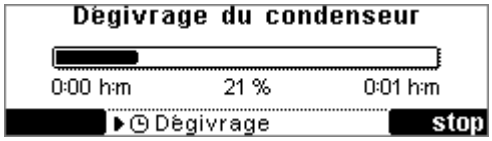
5.9.1. Dégivrage du condenseur (option)

Lors du dégivrage, le piège est chauffé électriquement. La chaleur émise par le piège fait fondre la glace sur le condenseur.

Ouvrir le menu Menu -> Fonctions spéciales -> Dégivrage du condenseur.

Pour dégivrer le condenseur, l'appareil doit être en mode « Standby » et complètement aéré.

Appuyer sur la touche logicielle droite start ▬○ pour commencer le processus de dégivrage. La fenêtre suivante est affichée. On peut observer le progrès du processus de dégivrage.



Après l'écoulement du temps de dégivrage, le processus de dégivrage est terminé et la fenêtre se ferme.

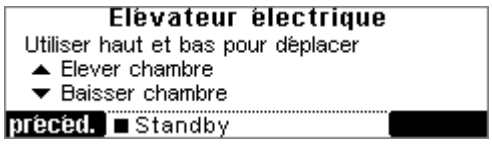
Le temps nécessaire pour le dégivrage peut être réglé sous Menu -> Options -> Réglages -> Dégivrage du condenseur.

5.9.2. Elévateur électrique (option)

Ouvrir le menu Menu -> Fonctions spéciales -> Elévateur électrique pour élever ou baisser la chambre de dessiccation à l'aide de l'élévateur électrique.

Pour élever ou baisser la chambre de dessiccation, l'appareil doit être en mode « Standby » et complètement aéré.

Appuyer sur les touches « HAUT » ⊙ et « BAS » ⊙ pour élever ou baisser la chambre de dessiccation.



6. Instructions pour corriger les erreurs

6.1. Coupure de courant

Après une coupure de courant, le système de contrôle continue le processus. Les valeurs de consignes préréglées restent sauvegardées même en cas d'un déroulement de processus automatique. Les durées de processus, la durée totale et la durée de la section sont remises à zéro.

En cas de panne de courant pendant la lyophilisation, tous les échantillons peuvent être rendus inutilisables. La possibilité de sauver ou non les échantillons dépend de la phase de lyophilisation atteinte par le produit au moment de la panne.

Il faut différencier les phases de dessiccations primaire et secondaire :

Le produit est en phase de dessiccation secondaire lorsque l'humidité restante est de 5% environ. Au-dessous de cette valeur, le produit n'est généralement pas endommagé en cas de panne de courant.

Si le produit est en phase de dessiccation primaire, nous conseillons de ventiler l'appareil, de sortir le produit et de le conserver dans un congélateur. Vidanger le condensat de dégivrage avant de remettre le système en marche.

6.2. Vide insuffisant

Les vannes pour vide poussé demandent une attention spéciale. Vérifier la vanne de vidange, la vanne de mise à l'air ainsi que les robinets en caoutchouc.

Nous conseillons, après avoir déconnecté le cordon d'alimentation, de dévisser le panneau latéral gauche de l'appareil et de déconnecter dans l'appareil le tuyau de la vanne de vidange, de boucher la connexion du tuyau avec un bouchon en caoutchouc et de faire le vide dans l'appareil. Si l'appareil atteint maintenant la pression de fonctionnement nécessaire, cela indique la présence d'une fuite dans la vanne. Ceci peut être dû à des

résidus de lyophilisation, à des particules de chiffon ou à une usure des joints toriques d’étanchéité.

Pour y remédier, nous conseillons de dépressuriser l'appareil et de le ventiler en utilisant la vanne de vidange de façon à emporter les éventuels résidus. Si nécessaire, remplacer les joints toriques d’étanchéité.

Si la fuite ne disparaît pas de cette façon, nettoyer ou remplacer la vanne de vidange.

Contrôler le joint du couvercle en vue de salissures ou d’endommagements. Nettoyer ou remplacer le joint si nécessaire.

Vérifier que toute la surface du bouchon rodé de la chambre de dessiccation est uniformément enduite de graisse à vide.

Pour tester les chambres de dessiccation avec des raccords pour robinets en caoutchouc, retirer les robinets et fermer les raccords avec des bouchons en caoutchouc. Raccorder chaque robinet après l'autre et les tester sous vide pour vérifier leur étanchéité.

Vérifier que le capteur de vide n'est pas encrassé par exemple par des résidus d’eau.

Le capteur de vide a une durée de vie limitée du fait de sa conception (voir aussi chapitre 7.3.1). Les capteurs de vide défectueux peuvent être remplacés et sont disponibles en pièces détachées.

Contrôler l'affichage du vide à l'aide d'un testeur (si disponible).

Pour localiser une fuite éventuelle, nous recommandons de connecter le capteur de vide directement sur l'aspiration de la pompe à vide. Si la pompe à vide chaude atteint une pression finale de 0,011 mbar minimum, la pompe à vide et le système de mesure sont en bon état. Il y a probablement une fuite dans l'appareil si le vide insuffisant n'est pas dû à une température insuffisante du condenseur.

Vérifier l'huile dans la pompe à vide, changer l'huile si elle est sale et tester la pression.

S’il y a toujours un vide insuffisant, l'étape suivante consiste à vérifier les connexions des petites brides (voir chapitre 4.7.2) et spécialement la position des bagues de centrage. Il n'est généralement pas nécessaire de graisser les joints avec de la graisse à vide.

La pompe à vide ne se met pas en marche:

La pompe à vide est équipée d'un disjoncteur de sécurité pour le moteur.

(Se reporter au manuel d'instructions de la pompe à vide).

Information générale :

Vérifier le vide lorsque le condenseur est à basse température.

6.3. L'appareil ne fonctionne pas

Si l'écran initial n'est pas affiché après avoir mis l'appareil sous tension, vérifier les points suivants :

- Le cordon d'alimentation est-il branché ?
- Vérifier les fusibles intégrés
- Vérifier le fusible 1F1 à l'arrière de l'appareil

6.4. Température du condenseur insuffisante

Le groupe frigorifique est équipé d'un dispositif protecteur contre des surpressions et d'une protection thermique du moteur.

Les systèmes de protection sont activés et le compresseur est mis hors service avec

- des températures ambiantes excessives
- une circulation d'air insuffisante dans l'échangeur de chaleur du compresseur de réfrigération
- une surcharge du système réfrigérateur

Lorsque les conditions de fonctionnement sont à nouveau rétablies (après quelques minutes), le compresseur de réfrigération se remet automatiquement en marche par l'intermédiaire du disjoncteur de protection.

Les défaillances importantes sont affichées dans le système d'information du processus et de l'appareil.

La température minimale du condenseur d'environ -55°C ou -85°C est atteinte si le condenseur n'est pas chargé et si le piège est mis sous vide.

Une circulation d'air suffisante est nécessaire. Ne rien poser derrière l'appareil.

6.5. Système d’information du processus et de l’appareil

6.5.1. Messages d’erreur

Vide de 6,11 mbar pas atteint
Ce message est affiché si la pression de 6,11 mbar n’est pas atteinte dans le piège après 15 minutes d’opération avec la vanne régulatrice de pression ouverte. Ainsi, une fuite dans le système de vide peut être constatée et il est possible d’éviter que la pompe travaille contre la pression atmosphérique pour une assez longue durée. La vanne régulatrice de pression est fermée et la pompe à vide est arrêtée. Remédier au défaut et confirmer le message. Après la confirmation du message, la pompe à vide est remise en marche. **Causes :** • Purgeur d’air ou vanne de vidange pas fermés • Logement incorrect du couvercle ou de la chambre de dessiccation • Bouchon rodé manquant dans le couvercle ou dans la chambre de dessiccation • Défaut de la pompe à vide. Vérifier si la pompe a été mise en service à l'aide du commutateur principal.
Capteur de vide défectueux
Ce message est affiché si le système de contrôle de l’appareil détecte une valeur de mesure invalide du capteur de vide. Vérifier la ligne de raccordement avec fiches de raccordement du capteur de vide. Ajuster le capteur à l’atmosphère et remplacer le capteur si nécessaire. **Causes :** • Capteur de vide pas connecté • Filament de chauffage du capteur de vide cassé
Surpression du groupe frigorifique 1
Surpression dans le groupe frigorifique GF1, déclenchée par l’interrupteur manométrique. Vérifier la température ambiante, assurer une circulation d'air suffisante et vérifier la charge de l'appareil.
Surpression du groupe frigorifique 2
Surpression dans le groupe frigorifique GF2, déclenchée par l’interrupteur manométrique. Vérifier la température ambiante, assurer une circulation d'air suffisante et vérifier la charge de l'appareil.
Surchauffe du condenseur
Ce message est affiché si la température du condenseur dépasse +65°C. Simultanément, toutes les unités en opération sont arrêtées, c’est-à-dire, l’appareil passe automatiquement en mode VEILLE. Le message peut être affiché lors du dégivrage si la température du condenseur dépasse +65°C. Le groupe frigorifique est arrêté pour assurer qu’il n’est pas utilisé à des températures ambiantes trop élevées. L’appareil peut être remis en service

quand la température du condenseur est inférieure à +65°C.
Capteur de température du condenseur défectueux
Ce message est affiché si le capteur de température n'est pas connecté ou s'il est défectueux. Veuillez contacter le service après-vente.
Capteur de température du chauffage de dégivrage défectueux
Ce message est affiché si le capteur de température n'est pas connecté ou s'il est défectueux. Veuillez contacter le service après-vente.
Coupure de courant
Une panne de secteur est affichée si l'alimentation en courant a été interrompue dans les conditions d'opération (mode MARCHE). Le processus continue dès que l'alimentation en courant sera rétablie. Les durées de processus sont remises à zéro. Les valeurs de réglage de consigne sont maintenues.
Configuration usine chargée
Tous les réglages sont remis à l'état de la configuration usine de l'appareil. La configuration usine est chargée si l'entrée correspondante dans le menu de service est exécutée ou s'il y a une erreur dans la mémoire des paramètres.
Erreur de communication ES (0x20)
Erreur concernant le module entrée/sortie LDplus. Veuillez contacter le service après-vente.

7. Maintenance et nettoyage

7.1. Piège du condenseur

Avant chaque mise en service, vérifier que tous les résidus d'eau ont été retirés du piège. Essuyer le piège si nécessaire.

Nous conseillons d'ouvrir la vanne de vidange puis de la refermer avant chaque lyophilisation.

7.2. Echangeur de chaleur

Un échangeur de chaleur à ailettes est utilisé pour refroidir le réfrigérant comprimé par le réfrigérateur. L'échangeur de chaleur est placé au fond de l'appareil. Il doit être vérifié régulièrement tous les quelques mois. Retirer si nécessaire la poussière et les saletés. L'échangeur de chaleur peut être nettoyé avec une brosse, avec un aspirateur par l'extérieur ou avec de l'air comprimé par l'intérieur de l'appareil.

Un excès de saleté sur l'échangeur de chaleur entraînera une perte de performance et des pannes de l'appareil !

Remarque : ne pas retourner l'appareil !

7.3. Ajustage et maintenance du capteur de vide VSP62

7.3.1. Maintenance du capteur de vide:

Le filament en tungstène a une durée de vie limitée à cause de la réaction chimique avec quelques composants des gaz ambiants. Le tungstène réagit en particulier avec le carbone pour former le carbure de tungstène. Le filament devient fragile et casse. Pour prolonger la durée de vie des jauges Pirani, il est absolument nécessaire d'éviter tout contact avec des substances qui contiennent du carbone.

Un appareil de lyophilisation doit être ventilé à la fin du processus de dessiccation. De plus, il est nécessaire de retirer le produit. Le processus du dégivrage est réalisé avec une vanne de vidange

ouverte et à l’aide d’eau chaude (max. +50°C). Essuyer le piège pour le sécher.

Ne jamais dégivrer l’appareil en le laissant pour une durée assez longue à la température ambiante. Des réactions chimiques entre le filament en tungstène et l’atmosphère ambiant peuvent en être la conséquence.

Après le dégivrage et le dessèchement de l’appareil, nous conseillons d’évacuer l’air pour environ 30 minutes avec une vanne de lest d'air ouverte. De cette façon, il est possible de retirer tous les résidus qui pourraient réagir avec le filament en tungstène.

7.3.2. Remplacement et ajustage

Normalement, le capteur de vide doit être remplacé quand «---» est affiché sur l’écran au lieu de «atm» et quand le système d’information du processus et de l’appareil affiche le message «capteur de vide défectueux». Si le système d’affichage de vide n’affiche pas «atm» mais une valeur au-dessous de ou égale à 900 mbar, le capteur de vide doit être ajusté. La phase de préchauffage du capteur de vide dure au moins 5 minutes.

7.3.2.1. Ajustage du capteur de vide

Le capteur de vide a deux boutons («ADJ» et «SET») pour l’ajustage. Les boutons sont protégés par des capuchons de protection. Afin d'effectuer l’ajustage, il faut d’abord enlever les capuchons de protection des boutons. Utiliser une petite broche (∅ max. 2,5mm) pour actionner les boutons. Remettre les capuchons de protection en place après l’ajustage.

Le réajustage de la pression atmosphérique (atm) et du point zéro peut être effectué à l'aide du bouton «ADJ» (ajuster) situé directement sur le capteur de vide. Le transducteur de mesure reconnaît automatiquement de quel point d’ajustage il s’agit. Lors d’une compensation à zéro, la pression réelle doit être au-dessous de $5{,}0 \times 10^{-5}$ mbar (configuration usine). Alternativement, on peut aussi effectuer une compensation à une valeur de référence réglable (voir ci-dessous). Nous recommandons une phase de préchauffage de 5 minutes au minimum avant l'ajustage.

Boutons avec capuchons de protection pour ajuster le capteur

7.3.2.2. Ajustage à une valeur de référence de zéro spécifique

Pour effectuer cet ajustage, la pression réelle doit être au-dessous de $1{,}0x10^{-2}$ mbar. Après la pression sur la touche «SET», la zone d'affichage de vide effectif du système de contrôle LDplus affiche une valeur qui correspond à la valeur d'ajustage de zéro actuellement réglée (configuration usine 0,0010 mbar). Cette valeur peut maintenant être incrémentée jusqu'à $1{,}0x10^{-2}$ mbar à l'aide la touche «ADJ». Après cette valeur maximale, l'affichage recommence à 0,0010 mbar. Quand la valeur d'ajustage de zéro est adaptée à la valeur de référence de zéro actuelle, la nouvelle valeur de référence de zéro est sauvegardée après 5 secondes sans aucune pression de touches et l'ajustage est exécuté. Dès maintenant, une pression sur la touche «ADJ» à une pression de zéro déclenche l'ajustage du système à la valeur d'ajustage de zéro réglée.

Si on appuie sur la touche «SET» sans appuyer sur aucune autre touche, la valeur d'ajustage de zéro sera affichée pendant 5 secondes afin de pouvoir la vérifier. Aucun ajustage ne sera exécuté.

7.4. Robinets en caoutchouc

Faire spécialement attention aux robinets en caoutchouc. Si ces robinets se grippent, il faut les démonter, les nettoyer, les enduire légèrement de graisse à vide et les remonter.

7.5. Pompe à vide

Pour l'entretien de la pompe à vide, se référer au manuel d'utilisation de la pompe à vide.

En complément, nous voudrions attirer l'attention sur les points suivants :

Vérifier régulièrement le niveau d'huile de la pompe à vide par le regard (au moins une fois par semaine en cas d'usage intensif). Rajouter l'huile manquante par l'orifice de remplissage d'huile. Une consommation d'huile ne peut pas être évitée du fait de l'utilisation de lest d'air. Se référer aux instructions de la pompe à vide pour la mise à niveau.

Changer l'huile la première fois après une centaine d'heures d'utilisation environ. Les intervalles entre les vidanges suivantes dépendent des conditions d'utilisation. En général, l'huile doit être changée toutes les 500 à 1000 heures d'utilisation.

Toujours vidanger l'huile pendant que la pompe est chaude.

7.6. Filtre d’échappement

Si l'appareil est équipé d'un filtre d'échappement (nécessaire si les gaz d'échappement ne peuvent pas être évacués à l'air libre ou dans un système de ventilation), faire attention à ce que le niveau de condensat dans le filtre ne monte pas trop haut. Evacuer le condensat à l'aide de la vis moletée en bas du filtre.

(Se référer au manuel d'utilisation de la pompe à vide !)

7.7. Nettoyage

7.7.1. Nettoyage du lyophilisateur

Utiliser de l'eau savonneuse ou d'autres détergents doux solubles dans l'eau pour nettoyer le lyophilisateur. Eviter l'utilisation de substances corrosives et agressives. Ne pas utiliser de solutions alcalines ou de solvants ou agents contenant des particules abrasives. Retirer les résidus de produit de la chambre à l'aide d'un chiffon. Il est conseillé d'ouvrir le couvercle ou la chambre de

dessiccation lorsque le lyophilisateur n'est pas utilisé pour que l'humidité puisse s'évaporer.

En cas de risque de contamination avec un produit toxique, radioactif ou pathogène, suivre et respecter des mesures de sécurité spéciales.

7.7.2. Nettoyage des accessoires

Pour l'entretien des accessoires, respecter les règles de sécurité car ces mesures assurent en même temps la fiabilité du fonctionnement.

Les réactions chimiques et la corrosion sous contrainte (combinaison de changements de pression et réactions chimiques) peuvent affecter ou détruire la structure des métaux et des pièces en matières synthétiques. Des craquelures difficilement détectables se propagent sur la surface et affaiblissent le matériau sans signe visible. Lorsqu'une détérioration visible sur la surface, une craquelure, une marque ou n'importe quelle autre modification, y compris la corrosion, est détectée, la pièce (plateau, récipient, chambre de dessiccation, etc.) doit être immédiatement remplacée.

Afin d'éviter de les endommager, nettoyer régulièrement le ventilateur, le joint du couvercle, les récipients, les portoirs, la chambre de dessiccation et les plateaux.

Le nettoyage des accessoires doit se faire à l'extérieur du lyophilisateur une fois par semaine ou de préférence après chaque utilisation.

En cas de risque de contamination avec un produit toxique, radioactif ou pathogène, suivre et respecter des mesures de sécurité spéciales.

Les accessoires en aluminium sont particulièrement sensibles à la corrosion. Utiliser un agent neutre avec une valeur de pH comprise entre 6 et 8 pour ces pièces. Eviter les agents alcalins (pH > 8). Ceci augmente leur durée de vie et diminue la corrosion.

Un entretien soigneux par l'utilisateur augmente la longévité et évite les défaillances prématurées des accessoires. Les dommages causés par un manque de soin constituent un motif d'annulation de la garantie.

7.7.3. Entretien du purgeur d’air et de la vanne de vidange

Apporter un soin particulier au purgeur d’air et à la vanne de vidange. Le dépôt à ces endroits de résidus des lyophilisations précédentes entraîne un risque de mauvais fonctionnement du lyophilisateur. Par conséquent, faire attention à ce qu'aucun produit ou résidu n'atteigne le tuyau vers la vanne de vidange ou vers le purgeur d’air.

7.7.4. Désinfection de la chambre de dessiccation, du couvercle et des accessoires

Tous les désinfectants habituels comme par exemple l'INCIDUR, Melisiptol Sagrotan, Buraton ou Terralin (obtenus auprès de fournisseurs pour laboratoires) peuvent être utilisés.

NOTE ! Vérifier la compatibilité des produits avec le couvercle; consulter également l'annexe « Chemical behaviour PLEXIGLAS® (acrylic glass) ».

Les lyophilisateurs et les accessoires sont constitués de différents matériaux. Tenir compte d'une possibilité d'incompatibilité. Pour l'autoclavage, vérifier la stabilité à la température de chaque matériau. Nous contacter en cas de doute. **La désinfection du lyophilisateur et des accessoires est prescrite en cas d'utilisation de matières dangereuses.**

7.7.5. Vérifications par l'utilisateur

L'utilisateur doit vérifier que les pièces importantes du lyophilisateur mettant en jeu la sécurité ne sont pas endommagées.

Ceci fait spécialement référence à :

- Couvercle ou chambre de dessiccation
- Joints
- Niveau d'huile de la pompe à vide
- Accessoires, surtout les modifications de structure comme la corrosion, les craquelures, l'abrasion et l'usure des matériaux, etc.

Vérifier également régulièrement le conducteur de mise à la terre.

8. Options

8.1. Système de contrôle de processus LPC-32, logiciel

Sur demande.

Se référer au manuel d’utilisation particulier.

8.2. Système de contrôle de processus LPC-32, logiciel avec matériel d’ordinateur

Sur demande.

Se référer au manuel d’utilisation particulier.

8.3. LyoLog LL-1 (logiciel de documentation)

Sur demande.

Se référer au manuel d’utilisation particulier.

8.4. Outil de simulation LDplus (logiciel d'entraînement)

Sur demande.

8.5. Elévateur électrique

Pour ALPHA 1-4/2-4 LSC, GAMMA 1-16 LSC / 2-16 LSC,
DELTA 1-24 LSC / 2-24 LSC,
ALPHA 1-4/2-4 LDplus et BETA 1-8/2-8 LDplus

9. Annexe

Déclaration de conformité **ALPHA 1-2 LD$_{plus}$**

Manuel d'instructions de la pompe à vide (en cas de livraison)

Manuel d'instructions du filtre d'échappement (en cas de livraison)

Prospectus « Freeze Dryers for Routine Processes (LD$_{plus}$ Control System) »

Prospectus « The Accessories for Freeze Drying »

Prospectus « Freeze Dryers – the program »

Chemical behaviour ®Plexiglas
(matériau de la chambre de dessiccation et du couvercle)

Pulvérisateur de désinfectant INCIDUR

(Matériau de tous les composants en contact avec le milieu)

Déclaration de retour

Déclaration de décontamination

röhm
Degussa–Hüls Group

Chemical Behaviour

PLEXIGLAS® GS
PLEXIGLAS® XT

The stated behaviour was established for the grades PLEXIGLAS GS 215, 218, 221, 222, 224, 231, 233, 240, 245 and 2458 as well as for PLEXIGLAS XT. The extruded materials are, however, attacked more easily by solvents.

For greater chemical resistance, grade PLEXIGLAS GS 209 is recommended.

The data given refer to a test temperature of 23 °C and presuppose stress-free installation.

The behaviour of the material in practice depends largely on the temperature in use. In case of doubt, we advise you to consult us as to the chemical resistance for particular applications.

The results obtained for all products, especially the branded ones, refer to the production batch tested in each case.

Paints, etc.
o Acrylic paints and lacquers
+ Non-aromatic benzines
- Nitrocellulose lacquers
+ Oil paint, pure
- Thinners in general

Antistatics
+ HB 155
+ Antistatic fluid and cleaning agent

Technical baths
+ Electroplating baths
+ Photochemical baths

Building materials and protectives
- Bitumen emulsion
+ Cement
+ Gypsum
o Hot bitumen
+ Mortar
+ Red lead

Chemicals, solvents, etc.
a) General
- Acetic acid, concentrated
o Acetic acid, up to 25%
- Acetone

Our technical advice on the uses of our materials is given without obligation. The buyer is responsible for the application and processing of our products and is also liable for observing any third-party rights. Technical data concerning our products are typical values.

röhm
Degussa–Hüls Group

+ Alum
+ Aluminium chloride
+ Aluminium oxalate
+ Aluminium sulphate
- Ammonia water
+ Ammonium sulphate
- Amyl acetate
- Aniline
+ Arsenic
+ Arsenic acid
+ Battery acid
- Benzaldehyde
- Benzene
+ Benzine, pure
- Bromine
- 1-Butanol
- Butyl lactate
+ Butyric acid, up to 5%
+ Calcium chloride
+ Calcium hypochlorite
- Carbon disulphide
- Carbon tetrachloride
- Chlorinated hydrocarbons
- Chlorine, liquid
o Chlorine water
- Chloroethyl ether
- Chlorophenol
o Chromic acid
+ Citric acid, up to 20%
+ Copper sulphate
- Cresol
+ Cyclohexane
- Diacetone alcohol
o Diamyl phthalate
- Dibutyl phthalate
+ Diethylene glycol
- Dioxane
- Ether
- Ethyl acetate
- Ethanol, concentrated
o Ethanol, up to 30%
- Ethyl bromide
- Ethyl butyrate
- Ethylene bromide
+ Ferric chloride
+ Ferrous chloride
+ Ferrous sulphate
+ Formic acid, up to 2%
o Formic acid, up to 40%
+ Glycerol
+ Glycol
+ Heptane
+ Hexane
+ Hydrochloric acid
+ Hydrofluoric acid, up to 20%
+ Hydrogen peroxide, up to 30%
+ Iodine, metallic

Our technical advice on the uses of our materials is given without obligation. The buyer is responsible for the application and processing of our products and is also liable for observing any third-party rights. Technical data concerning our products are typical values.

röhm
Degussa-Hüls Group

Gases and vapours
+ Ammonia
o Bromine vapours, dry
+ Carbon dioxide
+ Carbon monoxide
+ Citygas
o Chlorine vapours, dry
+ Exhaust gases containing HCl
+ Exhaust gases containing HF
+ Exhaust gases containing H_2SO_4
+ Hydrogen sulphide
+ Methane
+ Nitrogen dioxide
+ Nitrogen monoxide
+ Oxygen
+ Ozone
+ Sulphur dioxide, dry

Beverages, etc.
+ Beer, wine
+ Camomile extract
+ Chocolate
+ Fruit juice, milk, coffee
o Spirits, up to 30%
+ Vinegar
+ Water, mineral water

Adhesives and sealants
- Acrylate sealing compound
o All-purpose adhesive
+ Insulating tape
o PATTEX® special-purpose glue
+ PERBUNAN®
o PLEXISOL® adhesive
o PLEXIT®
+ PLEXTOL® adhesive
- Polyurethane sealing compound
+ Sealing strips (EGO-FERM®, TEROSTAT® 81/86)
o Silicone
- Thiokol rubber (one-and-two component)

Cosmetics, etc.
- Camphor
+ DIPLONA® hair oil
+ Face tonic
+ Glycerine
+ Hair setting lotion (PRIMAWELL®)
- Nail varnishes
- Nail varnish removers
+ Ointments
+ Peat water
+ POLYCOLOR®
+ Seawater
+ Soaps
o Sprays

Röhm GmbH & Co. KG
Kirschenallee
64293 Darmstadt

Our technical advice on the uses of our materials is given without obligation. The buyer is responsible for testing and processing of our products and is also liable for observing any third-party rights. Technical data concerning our products are typical values.

röhm
Degussa-Hüls Group

Plastics
+ Foam plastics
- Foam plastics, plasticised
+ Polyamide
+ Polyethylene
+ PVC
- PVC, plasticised
+ Rubber
- Rubber, plasticised

Foods and spices
+ Aniseed, bay leaf, nutmeg
- Cloves
+ Common salt
+ Honey, pure
+ Ice cream
+ Meat, fish
+ Pepper, cinnamon, onions
+ Pickles

Cleaning agents
a) General
Acids, see under chemicals
- Alcohol, concentrated
o Alcohol, up to 30%
Alkalis, see under chemicals
+ Ammonia solution
- Benzine, mixture, containing aromatics
+ Benzine, non-aromatic
+ Bleach
- Carbon tetrachloride
- Methylated spirits
- Perchloroethylene
+ Petroleum
+ Petroleum ether
+ Soap solution
+ Soda water
- Stain remover
- Trichloroethylene
+ Turpentine
+ Turpentine substitute

b) Branded products
+ AJAX®
+ ANTISTATISCHER KUNSTSTOFFREINIGER UND PFLEGER
+ BFK® cleanser
o BOLIMENT®
+ BOTTCHERIN®
+ BURMAT®
+ BURNUS®
+ CILLIT-GRÜN®
+ DOR®
+ DOSYL®
+ DOSYLAN®
+ FAKO® Polish
+ FAKO® Polishing Paste
+ FEWA®

Röhm GmbH & Co. KG
Kirschenallee
64293 Darmstadt

Our technical advice on the uses of our materials is given without obligation. The buyer is responsible for testing and processing of our products and is also liable for observing any third-party rights. Technical data concerning our products are typical values.

röhm
Degussa–Hüls Group

+ FRAPPIN®
+ FÜLLBOX®
+ LAVAPLEX®
+ NULL-NULL®
+ PERSIL®
+ PLEXIKLAR®
+ PRIL®
+ REI®
+ SEIFIX®
- SIDOLIN®
- SPECTROL®
+ SPÜLI®
+ WC-00®

c) Cleaning agents for pipes and tanks
+ CALGONIT® D, DA, S
+ NEOMOSCAN® M, M powder
+ Niroklar GR liquid
+ Niroklar GR powder
+ P3
o P3 basic cleaner
+ P 3-dix

Pesticides
- Sprays (applied directly)
o Sprays (applied in the air)
o Pesticides in aqueous solutions
+ NEXION® stable spray
+ RABOND® stable spray

Protective coatings (strippable)
+ DIEGEL® liquid film 23922
+ KOPPERSCHMIDT® covering paste
o SPRAYLAT

Other substances
+ Urine
- Fuel for petrol engines
o Fuel for diesel engines

The symbols signify:

+ = resistant
o = conditionally resistant
– = not resistant

Note:
The commercial products mentioned in columns b), and especially those marked ®, have been tested on our products just once.
Different results may be obtained if manufacturers change their formulations.

röhm
Degussa–Hüls Group

Our technical advice on the uses of our materials is given without obligation. The buyer is responsible for the application and processing of our products and is also liable for observing any third-party rights. Technical data concerning our products are typical values. Subject to alteration.

® = registered trademark

PLEXIGLAS = registered trademark of Röhm GmbH, Darmstadt

Important notice
This is an international English-language information prepared for several markets.
It is essential that the selection of particular materials and their methods of use conform with the requirements of national and local Building Regulations.
The availability of any particular product should be checked with your supplier.

FICHE DE DONNEES DE SECURITE selon 91/155/CEE - ISO 11014-1

INCIDUR

---

1. IDENTIFICATION DU PRODUIT ET DE LA SOCIETE

Identification du produit:
INCIDUR

Désinfectant de surface pour inventaire médical et d'autres surfaces lavables

Medical Devices class IIa.

Identification de la société/entreprise:
Ecolab AG., Kriegackerstr. 91, CH-4132 Muttenz
Tel.-Nr.: 061/4669-466

2. COMPOSITION/INFORMATION SUR LES COMPOSANTS

Indication de composant (conformément à la recommandation C.E.E. 89/542:
5 - 15 %: Tensio-actifs anioniques,
moins de 5%: Tensio-actifs non ioniques,
autres composants: agents antimicrobiens, renforçateurs de nettoyage, complexants, colorants, parfum

Indication de composant:

8.8 %	Glyoxal	
	Symbole:	Xn
	R-Phrases:	20-36/38-43-68
	EINECS:	203-474-9
4.5 %	Glutaraldéhyde	
	Symbole:	T,N
	R-Phrases:	23/25-34-42/43-50
	EINECS:	203-856-5
1- 5 %	Ethoxylate d'alcool gras	
	Symbole:	Xn
	R-Phrases:	22-41
	EINECS:	Polymère
5-15 %	Alkylbenzènesulfonate	
	Symbole:	Xi
	R-Phrases:	38-41
	EINECS:	270-115-0

FICHE DE DONNEES DE SECURITE selon 91/155/CEE - ISO 11014-1

INCIDUR

---

3. IDENTIFICATION DES DANGERS

Xn Nocif
R 37/38: Irritant pour les voies respiratoires et la peau.

R 41: Risque de lésions oculaires graves.
R 42/43: Peut entra™ner une sensibilisation par inhalation et contact avec la peau.
R 68/20/21: Nocif: possibilité d'effets irréversibles par inhalation et par contact avec la peau.

4. PREMIERS SECOURS

Après inhalation:
Air frais; en cas de persistance des maux, consulter un médecin.

Après contact avec la peau:
Rincer à l'eau courante et au savon.Soigner la peau. Eloigner les vªtements contaminés.

Après contact avec les yeux:
Rincer à l'eau courante, (pendant 10 minutes), sinécessaire consulter un ophtalmologiste.

Après ingestion:
Rincer la cavité buccale,boire 1 à 2 verres d'eau, consulter un médecin.

5. MESURES DE LUTTE CONTRE L'INCENDIE

Moyens d'extinction appropriés:
Tous les moyens d'extinction utilisables appropriés

Moyens d'extinction a ne pas utiliser pour des raisons de securité:
aucun connu

Risque particulier résultant de l'exposition au produit, en tant que tel, aux produits de la combustion, aux gaz produits:
aucun connu

Equipement de protection spécial pour le personnel préposé à la lutte contre le feu:
Porter un appareil respiratoire independant de l'air ambiant.

6. MESURES A PRENDRE EN CAS DE DISPERSION ACCIDENTELLE

Mesures de protection individuelle:
Eviter le contact avec la peau et les yeux. Veiller à une aération suffisante.

Mesures de protection de l'environnement:
Veiller à ce que de grandes quantités ne pénètrent pas dans les égouts.

Méthode de nettoyage/d'absorption:
Balayer mécaniquement. Diluer les résidus avec beaucoup d'eau.

Autres données:
Diluer par petites quantités avec beaucoup d'eau puis rincer.

7. MANIPULATION ET STOCKAGE

Manipulation:
Aucune mesure particulière n'est requise.

Stockage:
Ne conserver que dans le conditionnement d'origine.
Ne pas stocker à température supérieure à 25 'C;

8. CONTROLE DE L'EXPOSITION/PROTECTION INDIVIDUELLE

Mesures permettant la réduction de l'exposition:
Aucune mesure particulière n'est requise.

Valeurs limites a controler sur le lieu de travail:
Glutaraldéhyde
CAS-Nr.: 111-30-8
MAK: 0.05 ppm (0.21 mg/m3)

Risque éventuel pour la santé lors d'un dépassement de la valeur de concentration maximale au poste de travail.

Protection individuelle:
En cas de contamination de la peau laver abondamment à l'eau et au savon;appliquer une crème de protection.
Protection respiratoire: Au cours de l'utilisation en grosse quantité,
Protection des mains: Gants de protection contre les produits chimiques en caoutchouc butyle ou caoutchouc nitrile de la catégorie III selon EN 374. Veuillez tenir compte des indications du fabricant de relatives à l'imperméabilité et à la longévité ainsi que des conditions spéciales qui règnent aux postes de travail.
Protection des yeux: lunettes de protection étanches

9. PROPRIETES PHYSIQUES ET CHIMIQUES

Forme:	Liquide
Couleur:	vert
Odeur:	d'aldéhyde
Valeur du pH:	(non dilué) (20'C) ca. 4,5
Point de trouble:	< 0 'C
Point de clarification:	> 0 'C
Point éclair:	préparation aqueuse
Masse volumique:	(20'C) 1,09 g/cm3
Solubilité:	(20'C) soluble dans l'eau
Viscosité:	(20'C) ca. 15 mPa.s H¦ppler

10. STABILITE ET REACTIVITE

Conditions à eviter:

Pas de décomposition en cas d'usage conforme

Matières à eviter:
aucune connue aux conditions normales d'utilisation

Produits de décomposition dangereux:
aucun aux conditions normales d'utilisation aucune connue

11. INFORMATIONS TOXICOLOGIQUES

Possibilité d'effets irréversibles.

Inhalation:
Nocif par inhalation.
Irritant pour les voies respiratoires.

Ingestion:
Nocif en cas d'ingestion.

Contact avec la peau:
Le produit est irritant pour la peau et pour les muqueuses.

Peut entra™ner une sensibilisation par inhalation .
Peut entra™ner une sensibilisation par contact avec la peau.

Contact avec les yeux:
Risque de lésions oculaires graves.

12. INFORMATIONS ECOLOGIQUES

Informations concernant l'élimination:
Les tensio-actifs contenus dans le produit sont en moyenne biodégradables au moins de 90% selon l' ordonnance sur les agents de surface (Tensid. du 04.06.1986) de la législation portant sur les détergents et les nettoyants (WRMG)

13. CONSIDERATIONS RELATIVES A L'ELIMINATION

Collecte de déchets pour recyclage ou retraitement agréé.

Utiliser la quantité de produit résiduelle dans l'emballage de préférence selon le mode d'emploi.

Les clés de déchets EAK se réfèrent à l'origine.
Le fabricant ne peut donc indiquer aucune clé de déchet pour les articles voire les produits utilisés dans les différentes branches.
Nous sommes là pour vous conseiller de cas en cas.

Eliminer les emballages vides aux emplacements réservés à la récupération des matériaux.
Seuls les emballages nettoyés soigneusement pourront ªtre recyclés.

14. INFORMATIONS RELATIVES AU TRANSPORT

Aucun danger selon les règlements RID/ADR, GGVS/GGVE,

(Transport terrestre français - ADR), ADNR, IMDG,
IACAO-TI/IATA-DGR.

15. INFORMATIONS REGLEMENTAIRES

Symboles de danger:
Xn Nocif

Composants dangereux:
Glutaraldéhyde, glyoxal

Phrases R:
R 37/38: Irritant pour les voies respiratoires et la peau.
R 41: Risque de lésions oculaires graves.
R 42/43: Peut entra™ner une sensibilisation par inhalation et contact avec la peau.
R 68/20/21: Nocif, possibilité d'effets irréversibles par inhalation et par contact avec la peau.

Phrases S:
S 2: Conserver hors de la portée des enfants.
S 23: Ne pas respirer les aérosols.
S 26: En cas de contact avec les yeux, laver immédiatement et abondamment avec de l'eau et consulter un spécialiste.
S 36/37/39: Porter un vªtement de protection approprié, des gants et un appareil de protection des yeux / du visage.
S 45: En cas d'accident ou de malaise consulter immédiatement un médecin (si possible lui montrer l'étiquette)

Prescriptions nationales:
OFSP T-No.: 610 184
Classe de toxicité: 4

16. AUTRES INFORMATIONS

Cette fiche complète la notice technique d'utilisation mais ne la remplace pas. Les renseignements qu'elle contient sont basés sur l'état actuel de nos connaissances. Ils sont donnés de bonne foi. L'attention des utilisateurs est en outre attirée sur les risques éventuellement encourus lorsqu'un produit est utilisé à d'autres usages que ceux pour lesquels il est conçu.
Le produit est destiné à l'application industrielle.

Teneur intégrale des phrases R mentionnées sous leur forme abrégée dans la fiche de données de sécurité jointe. Le marquage du produit figure au chapitre 15.
R 20: Nocif par inhalation.
R 22: Nocif en cas d'ingestion.
R 23/25: Toxique par inhalation et ingestion.
R 34: Provoque des br-lures.
R 36/38: Irritant pour les yeux et la peau.
R 38: Irritant pour la peau.
R 41: Risque de lésions oculaires graves.
R 42/43: Peut entra™ner une sensibilisation par inhalation et contact avec la peau.
R 43: Peut entra™ner une sensibilisation par contact avec la peau.
R 50/53: Très toxique pour les organismes aquatiques, peut entra™ner des effets néfastes à long terme pour l'environnement aquatique.

R 68: Possibilité d'effets irréversibles.

Déclaration de décontamination / déclaration de retour

Les déclarations ci-jointes ont pour but d'assurer la sécurité et la santé de nos employés. Joindre les formulaires remplies à chaque retour de lyophilisateurs, de centrifugeuses, de pièces de rechange et d'accessoires, s.v.p.

Veuillez comprendre que nous ne pourrons commencer les travaux qu'après avoir reçu les déclarations.

(Nous recommandons de photocopier ces pages plusieurs fois.)

!!! Coller ce formulaire à l'extérieur de l'emballage, s.v.p. !!!

Déclaration de retour

	OUI	NON
Déclaration de décontamination jointe :		
Appareil / composant contaminé :		
Appareil / composant inutilisé :		

!!! Coller ce formulaire à l'extérieur de l'emballage, s.v.p. !!!

MARTIN CHRIST **SIGMA**

Déclaration de décontamination

de lyophilisateurs, concentrateurs sous vide, centrifigeuses, accessoires et pompes à vide.

Cette déclaration doit être remplie et signée uniquement par une personne habilitée.

Démande de réparation : _____
Commande No. : _____

Type d'appareil : _____ No.de série : _____
Type d'appareil : _____ No de série : _____
Type d'appareil : _____ No de série : _____
Type d'appareil : _____ No de série : _____

Accessoires : _____
_____

L'équipement est-il exempt de substances dangéreuses ? OUI O NON O

Si non, quelles substances ont été en contact avec l'équipement ?

Nom des substances : _____
_____

Remarques (par ex. : ne toucher qu'avec des gants) _____
_____

Caractéristiques générales des substances :

Caustique	O	Toxique	O
Corrosive	O	Explosive	O
Risque biologique	O	Radioactive	O

Quelle combinaison de substances peut-elle entraîner la formation de matières dangereuses?
Nom des substances : _____
_____

Cet équipement a-t-il été nettoyé avant expédition ? OUI O NON O

Cet équipement a-t-il été décontaminé pour ne plus présenter de risque sanitaire ?
OUI O NON O

Avant réparation, les composants contaminés par de la radioactivité doivent être décontaminés suivant les réglementations en vigeur de radioprotection.

Déclaration d'engagement légal

Je soussigné déclare par la présente que les informations contenues dans cette déclaration sont correctes et complètes.

Entreprise / Institution : _____
Rue : _____
Code postal, commune : _____
Tél.: _____ FAX : _____
Nom : _____

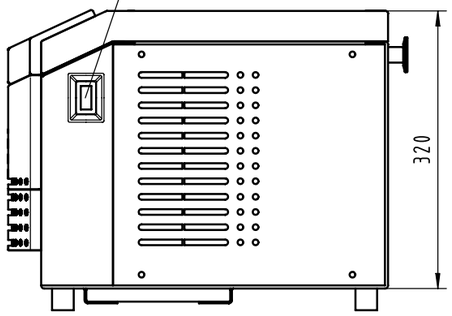
Date : _____ Cachet :

Signature : _____ _____

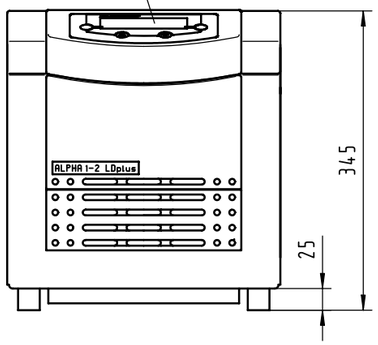
Formblatt Unbedenklichkeitserklärung			Unbedenk-fran..doc
Erstellt: Dieckmann	Genehmigt: Dr. Seeringer	Datum: 08.02.2006	Rev.:

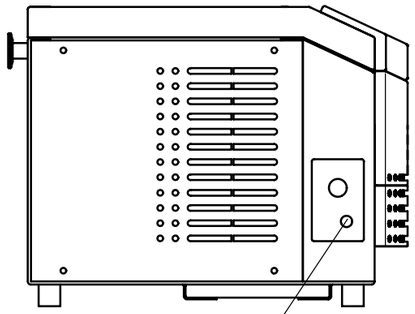
10. Fonctions spéciales

Netzschalter
Mains switch
Commutateur d'alimentation



Anlagensteuerung LDplus
Control system LDplus
Système de contrôle LDplus



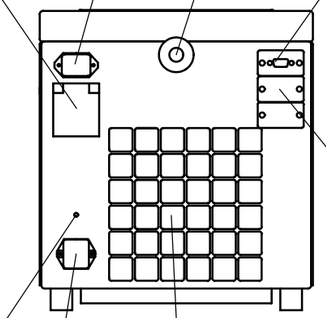


Anschluss Spannungsversorgung Drucksteuer- und Absperrventil
Power supply connection of pressure control and stop valve
Connexion de l'alimentation électrique de la vanne régulatrice de pression et de la vanne d'arrêt

Anschluss Spannungsversorgung Vakuumpumpe
Vacuum pump power supply connection
Connexion de l'alimentation électrique de la pompe à vide

serielle Schnittstelle Vakuummesssonde
Serial interface of vacuum measuring sensor
Interface sérielle du capteur de vide

Vakuumanschluss
Vacuum connection
Connexion de vide



zusätzlicher Anschluss Schnittstelle (Option, sep. Zubehör)
Additional interface connection (option, sep. accessory)
Connexion interface supplémentaire (option, accessoire à part)

Belüftungs-und Ablassventil
Aeration and drain valve
Soupape de ventilation et vanne de vidange

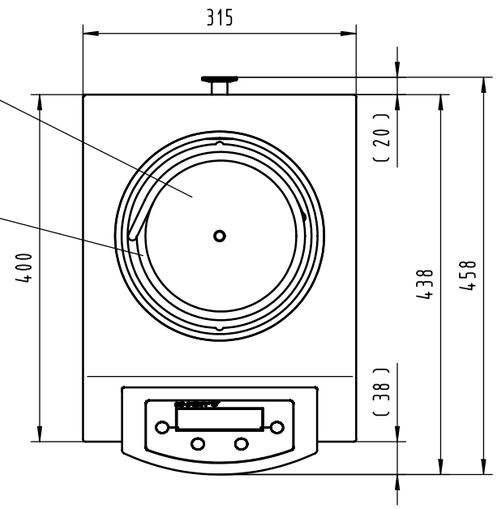
Wärmetauscher der Kälteanlage
Heat exchanger of refrigeration unit
Echangeur thermique du groupe frigorifique

Netzanschluss und Netzabsicherung
Mains connection and mains fuse protection
Raccordement au secteur et coupe-circuit de secteur

Potentialausgleichsschraube für Schutzleiterpfüfung und zentraler Erdungsanschluss
Equipotential bonding screw for protective ground wire check and central ground connection
Vis d'équilibrage de potentiel pour le contrôle du conducteur de protection et pour la connexion centrale de terre.

Eiskondensatorkammer
Ice condenser chamber
Piège

Eiskondensator
Ice condenser
Condenseur



Schutzvermerk nach DIN 34 beachten!

Verwendungsbereich				Oberflächen DIN ISO 1302		Allgemeintoleranzen DIN ISO 2768 -mK-	Maßstab 1:5 / Gewicht
							Werkstoff, Halbzeug Rohteil-Nr
					Datum	Name	Benennung: Aufstellplan
				Bearb	03.04.2006	R. Gründel	Layout / Plan d'arrangement
				Gepr	22.06.2006	M. Umbach	ALPHA 1-2 LDplus
				Norm			
				MARTIN CHRIST 37520 Osterode			Zeichnungsnummer 176274 / Blatt 1 / 1 Bl
06.233	Zeichnung aktualisiert	22.06.2006	Gr				
Zust	Änderung	Datum	Name	Urspr			Ers. f / Ers. d